

⑯ BUNDESREPUBLIK

DEUTSCHLAND



DEUTSCHES

PATENTAMT

⑯ Offenlegungsschrift

⑯ DE 3302534 A1

⑯ Int. Cl. 3:

C07C 93/14

A 61 K 7/13

⑯ Aktenzeichen: P 33 02 534.7  
⑯ Anmeldetag: 26. 1. 83  
⑯ Offenlegungstag: 4. 8. 83

⑯ Unionspriorität: ⑯ ⑯ ⑯

28.01.82 LU 83900

27.09.82 LU 84391

⑯ Anmelder:

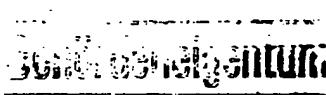
L'Oreal, 75008 Paris, FR

⑯ Vertreter:

Reitstötter, J.,  
Prof.Dipl.-Ing.-Chem.Dr.phil.Dr.techn.; Kinzebach,  
W., Dipl.-Chem. Dr.phil., Pat.-Anw., 8000 München

⑯ Erfinder:

Bugaut, Andree, 92100 Boulogne, FR; Genet, Alain,  
93360 Neuilly-Plaisance, FR



⑯ Aminoverbindungen, Verfahren zu deren Herstellung, Färbemittel, die sie enthalten und Verfahren zum Färben von Haaren

Die vorliegende Erfindung betrifft neue 1-(Phenoxy-substituierte)-3-amino-2-propanol-Verbindungen, deren extranukleare Amingruppe gegebenenfalls substituiert sein kann, und ein Verfahren zu ihrer Herstellung. Die Erfindung betrifft auch Färbemittel für Haare, welche diese neuen Verbindungen enthalten und ein Verfahren zum Färben, welches diese Mittel anwendet.  
(33 02 534)

26.01.83

3302534

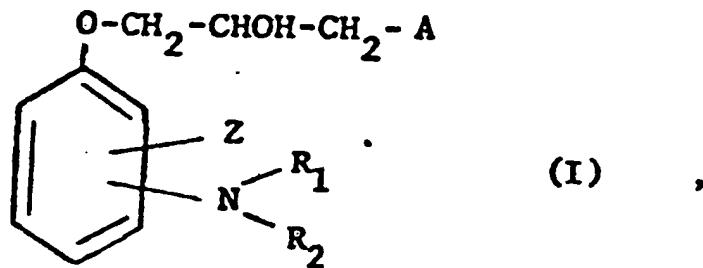
M/24 002

1

5

Patentansprüche

10 1. Aminoverbindungen der allgemeinen Formel (I):



15

20 und ein einsprechendes Säureadditionssalz,  
worin25 - Z für NO<sub>2</sub> oder NH<sub>2</sub> steht;- A für NY oder  $\begin{array}{c} \oplus \\ N \\ \backslash \quad / \\ Y \quad Y' \end{array}$  X<sup>⊖</sup> steht,

30 worin Y zwei gleiche oder verschiedene  
Niedrigalkyl- oder Niedrighydroxyalkyl-  
gruppen mit höchstens 4 Kohlen-  
stoffatomen bedeutet, wobei diese beiden  
Gruppen gegebenenfalls mit dem Stickstoffatom  
das sie trägt, einen Morpholin- oder  
Piperidin-Heterocyclus bilden, wobei einer  
oder beide Substituenten, welche Y bilden,  
außerdem für Wasserstoff stehen können,

1

wenn A nur NY bedeutet,

5 und worin Y' eine Niedrigalkylgruppe mit höchstens 4 Kohlenstoffatomen darstellt und X für ein Anion steht;

10  $-R_1$  und  $R_2$ , die gleich oder verschieden sein können, ein Wasserstoffatom, einen Niedrigalkyl oder -hydroxyalkylrest mit bis zu 4 Kohlenstoffatomen bedeuten,  
wobei folgendes gilt, wenn A für NY steht:

15 1) wenn Z in 4-Stellung am Benzolring steht und wenn  $NR_1R_2$  in Position 2 steht, bedeuten  $R_1$  und  $R_2$  beide ein Wasserstoffatom,

20 einer der beiden Y-Substituenten steht nicht für eine Äthylgruppe, wenn der andere Substituent ein Wasserstoffatom bedeutet,  
und die beiden Y-Substituenten bilden nicht mit dem Stickstoffatom, das sie trägt, einen Morphin- oder Piperidin-Heterocyclus,

25 und

30 2) wenn einer der beiden Y-Substituenten ein Wasserstoffatom oder eine Alkylgruppe und der andere eine Alkylgruppe darstellen, kann Z nicht in 3-Stellung und  $NR_1R_2$  nicht in 2-Stellung stehen,  
35 wobei  $R_1$  für ein Wasserstoffatom steht und  $R_2$  ein Wasserstoffatom oder eine Alkylgruppe bedeuten.

26.01.83

- 3 -

1

2. Verfahren zur Herstellung der Verbindung der Formel (I) nach Anspruch 1 und eines Säureadditionssalzes davon, worin:

- Z für NO<sub>2</sub> steht;
- A die Bedeutung NY hat,

worin Y zwei gleiche oder verschiedene Niedrigalkyl oder Niederhydroxyalkylgruppen mit höchstens 4 C-Atomen bedeutet, wobei diese beiden Gruppen gegebenenfalls mit dem Stickstoffatom, an das sie gebunden sind, einen Morphin- oder Piperidin-Heterocyclus bilden, wobei einer oder beide Y-Substituenten außerdem Wasserstoff bedeuten können;

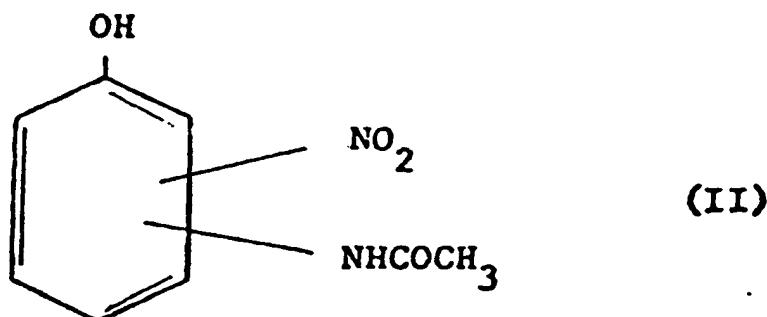
- R<sub>1</sub> und R<sub>2</sub> Wasserstoffatome darstellen, mit der Maßgabe, daß wenn Z in 4-Stellung am Benzolring und wenn NR<sub>1</sub>R<sub>2</sub> in 2-Stellung stehen, einer der beiden Y-Substituenten nicht für Äthyl steht, wenn der andere Substituent ein Wasserstoffatom darstellt, und die beiden Substituenten, welche Y darstellen, nicht mit dem Stickstoffatom, das sie trägt, einen Morphin- oder Piperidinring bilden,

gekennzeichnet durch folgende Stufen:

1

a) man läßt auf die bekannte Verbindung der  
Formel II:

5

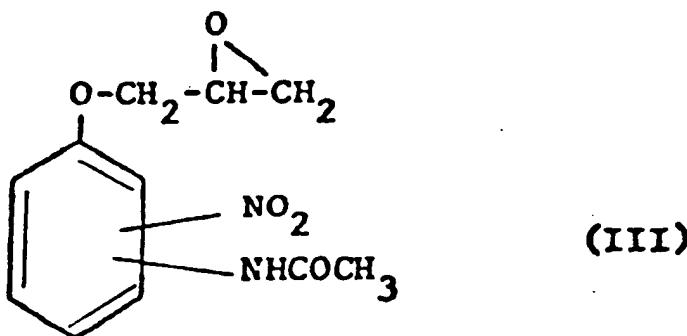


10

Epichlorhydrin einwirken und erhält die Ver-  
bindung der Formel (III):

15

20

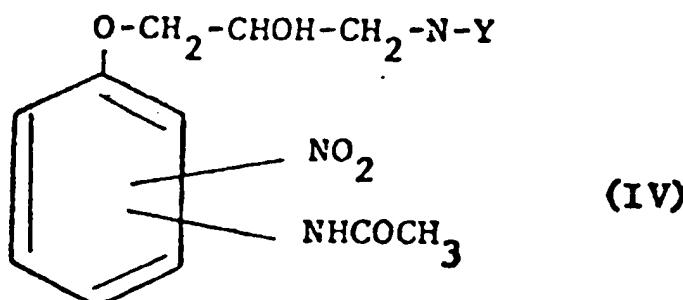


25

b) man läßt auf die Verbindung der allgemeinen  
Formel III ein Amin der Formel HNY einwirken,  
worin Y die oben angegebene Bedeutung hat,  
und erhält die Verbindungen der Formel IV:

30

35



26.01.80

- 5 -

1

5

10

15

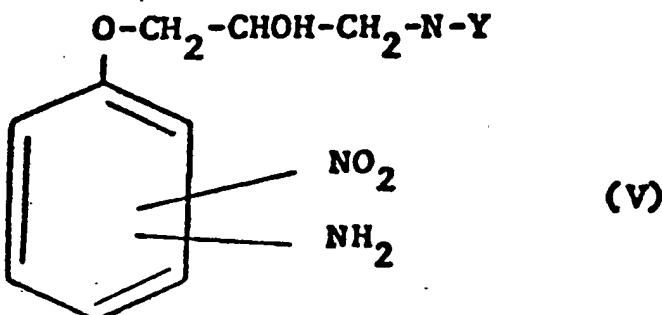
20

25

30

35

c) auf die Verbindung der allgemeinen Formel IV läßt man eine starke Säure, wie beispielsweise Chlorwasserstoffsäure, einwirken, und erhält die Verbindungen der Formel (V) :



worin Y die oben angegebenen Bedeutungen besitzt.

3. Verfahren zur Herstellung einer Verbindung der allgemeinen Formel (I) und eines entsprechenden Säuresalzes, worin:

Z für NH<sub>2</sub> steht;  
A die Bedeutung NY hat,

worin Y zwei gleiche oder verschiedene Niedrigalkyl- oder Hydroxyniedrigalkylgruppen mit höchstens 4 C-Atomen bedeuten, wobei diese beiden Gruppen gegebenenfalls mit dem Stickstoffatom, an das sie gebunden sind, einen Morpholin- oder Piperidin-Heterocyclus bilden, und einer oder beide Substituenten, die Y darstellen auch Wasserstoff bedeuten können,

R<sub>1</sub> und R<sub>2</sub> für Wasserstoffatome stehen, unter dem Vorbehalt, daß wenn Z in 4-Stellung am Benzolring und NR<sub>1</sub> R<sub>2</sub> in 2-Stellung sind, einer der beiden v-Substituenten

26.01.63

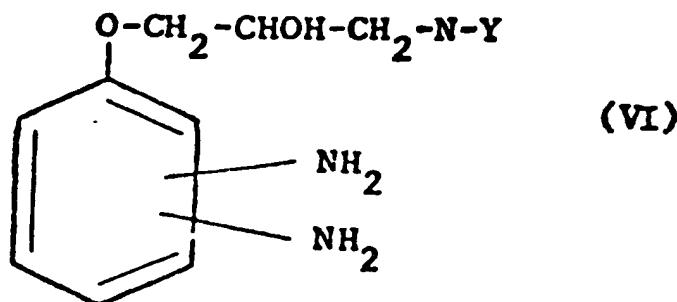
- 6 -

1

nicht für eine Äthylgruppe steht wenn der andere  
5 Substituent ein Wasserstoffatom darstellt,  
und die beiden Substituenten, welche Y bilden,  
nicht mit dem Stickstoffatom, das sie trägt,  
einen Morpholin- oder Piperidinring bilden,

10 dadurch gekennzeichnet, daß man die nach  
Anspruch 2 erhaltenen Verbindungen einer  
Reduktion der Nitrogruppe unterwirft, um die  
Verbindungen der Formel (VI)

15



20

zu erhalten,  
25 worin Y die oben angegebenen Bedeutungen besitzt.

4. Verfahren zur Herstellung einer Verbindung der  
Formel (I) und eines entsprechenden Säureadditions-  
30 salzes davon, worin:

Z für eine  $\text{NO}_2$ -Gruppe steht;

A für NY steht,

35 worin Y für zwei gleiche oder verschiedene  
Niedrigalkyl- oder Hydroxyniedrigalkyl-  
gruppen steht, welche höchstens 4 Kohlen-

26.01.63

- 7 -

1

stoffatome enthalten, wobei diese beiden Gruppen gegebenenfalls mit dem Stickstoffatom, an das sie gebunden sind, einen Morpholin- oder Piperidinheterocyclus bilden, und wobei der eine oder beide der Y-Substituenten außerdem Wasserstoff bedeuten können;

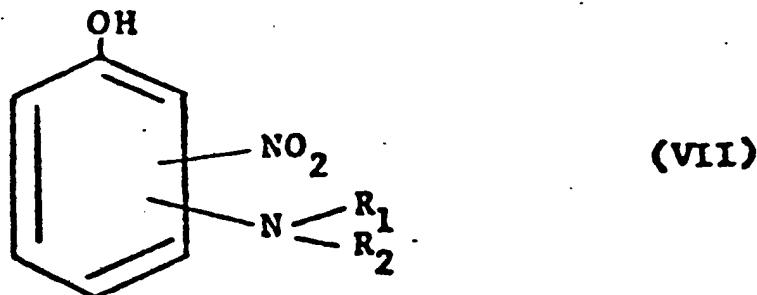
10

$R_1$  und  $R_2$  die gleich oder verschieden sind, ein Wasserstoffatom oder einen Niedrigalkyl- oder Niedrighydroxyalkylrest mit höchstens 4 Kohlenstoffatomen darstellen, wobei der Fall, daß  $R_1=R_2=H$ , ausgeschlossen ist,

15

dadurch gekennzeichnet, daß man die Verbindungen der Formel (VII)

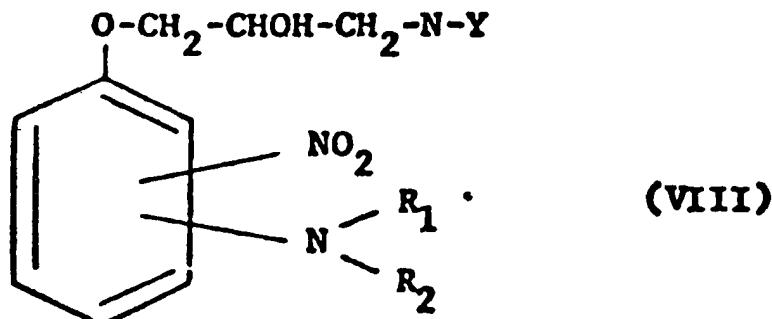
20



25

mit Epichlorhydrin umsetzt und die erhaltenen Verbindungen mit einem Amin der Formel HNY, worin Y die weiter oben angegebene Bedeutung besitzt, umsetzt, um die Verbindung der Formel (VIII)

30



35

1

5. Verfahren zur Herstellung einer Verbindung der  
5 Formel (I) und eines entsprechenden Säureadditions-  
salzes, worin

-Z für eine  $\text{NH}_2$  Gruppe steht;

10 -A die Bedeutung NY hat,

worin Y für zwei gleiche oder verschiedene Niedrig-  
alkyl- oder Hydroxyniedrigalkylgruppen mit  
höchstens 4 Kohlenstoffatomen steht, wobei diese  
15 Gruppen gegebenenfalls mit dem Stickstoffatom,  
an das sie gebunden sind, einen Morphin- oder  
Piperidin-Heterocyclus bilden, wobei der eine  
oder beide Substituenten, aus denen Y besteht,  
auch Wasserstoff bedeuten kann.

20 -R<sub>1</sub> und R<sub>2</sub>, die gleich oder verschieden sind, ein  
Wasserstoffatom oder einen Niedrigalkyl- oder  
Hydroxyniedrigalkylrest mit höchstens 4 Kohlen-  
stoffatomen bedeuten,  
25 wobei der Fall, daß R<sub>1</sub>=R<sub>2</sub>=H, ausgeschlossen ist,

dadurch gekennzeichnet, daß man in den gemäß An-  
spruch 4 erhaltenen Verbindungen die Nitrogruppe  
reduziert.

30

6. Verfahren nach einem der Ansprüche 3 oder 5, dadurch  
gekennzeichnet, daß die Reduktion der Nitrogruppe  
entweder durch Zinkpulver in alkoholischen Medium  
35 in Anwesenheit von Ammoniumchlorid, oder durch  
katalytische Hydrierung erfolgt.

26.01.83

- 9 -

1

7. Verfahren zur Herstellung einer Verbindung der  
Formel (I) und eines entsprechenden Säureadditions-  
salzes, worin

5

- Z für eine NH<sub>2</sub>-Gruppe steht,

10

- A die Bedeutung NY hat,  
wobei Y für 2 gleiche oder verschiedene  
Niedrigalkyl- oder Hydroxyniedrigalkyl-  
gruppen steht, welche höchstens 4  
Kohlenstoffatome aufweisen, wobei diese  
Gruppen gegebenenfalls mit dem Stickstoffatom  
an das sie gebunden sind einen Morphin- oder  
Piperidin-Heterocyclus bilden;

15

- R<sub>1</sub> und R<sub>2</sub> gleich oder verschieden sind und ein  
Wasserstoffatom oder einen Niedrigalkyl-  
oder Hydroxyniedrigalkylrest mit höchstens  
4 Kohlenstoffatomen bilden, wobei der Fall,  
daß R<sub>1</sub>=R<sub>2</sub>=H, ausgeschlossen ist,

20

dadurch gekennzeichnet, daß man das Verfahren  
nach Anspruch 3 durchführt, und bei dem erhaltenen  
Produkt der Formel (IV) eine der am Kern stehenden Aminogruppen  
substituiert, beispielsweise durch Substitution des  
entsprechenden Arylsulfonamids und dieses substituier-  
te Arylsulfonamid hydrolysiert.

30

1

8. Verfahren zur Herstellung einer quaternären Verbindung der Formel (I), worin

5

- Z für NO<sub>2</sub> oder NH<sub>2</sub> steht;

- A die Bedeutung  $\begin{array}{c} \oplus \\ N \\ \diagdown \quad \diagup \\ Y \quad X^{\ominus} \\ \diagup \quad \diagdown \end{array}$  hat,

10

worin Y für 2 gleiche oder verschiedene Niedrigalkyl- oder Niedrighydroxyalkylgruppen, mit höchstens 4 Kohlenstoffatomen steht, welche gegebenenfalls zusammen mit dem Stickstoffatom, an das sie gebunden sind, einen Morpholin- oder Piperidin-Heterocyclus bilden, Y' eine Niedrigalkylgruppe mit höchstens 4 Kohlenstoffatomen darstellt und X ein Anion bedeutet;

15

-R<sub>1</sub> und R<sub>2</sub> welche gleich oder verschieden sind und ein Wasserstoffatom oder einen Niedrigalkyl oder Niedrighydroxyalkylrest mit weniger als 4 Kohlenstoffatomen aufweisen,

25

dadurch gekennzeichnet, daß man das (oder die) nuklearen Amin(e) der entsprechenden tertiären Verbindungen acetyliert; anschließend ein Quaternisierungsmittel einwirken läßt und schließlich mittels einer Säure entacetyliert.

30

9. Verfahren nach Anspruch 8, dadurch gekennzeichnet, daß man als Quaternisierungsmittel Methyljodid verwendet.

35

20.01.003

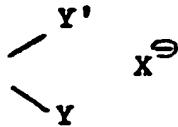
- 11 -

I

10. Färbemittel für Keratinfasern und insbesondere  
für Haar,

5 dadurch gekennzeichnet, daß es in einem  
geeigneten Träger mindestens eine Verbindung  
der Formel (I) oder ein entsprechendes Säure-  
salz davon, umfaßt, worin:

10 - Z für eine Nitrogruppe steht;

- A die Bedeutungen NY oder  $\text{N}^{\oplus}$   umfaßt,

15 wobei Y zwei gleiche oder verschiedene  
Niedrigalkyl- oder Niedrighydroxyalkyl-  
gruppen mit höchstens 4 Kohlen-  
stoffatomen umfaßt, wobei diese beiden  
Gruppen gegebenenfalls mit dem Stickstoff-  
atom, das sie trägt einen Morphin- oder  
Piperidinheterocyclus bilden, wobei einer  
oder beide Y-Substituenten außerdem für Wasser-  
stoff stehen können, wenn A allein für  
NY steht,

20 und wobei Y' einen Niedrigalkylrest mit  
bis zu 4 Kohlenstoffatomen bedeutet und  
X für ein Anion steht;

25 -R<sub>1</sub> und R<sub>2</sub>, die gleich oder verschieden sein  
können, ein Wasserstoffatom oder einen  
Niedrigalkyl- oder Niedrighydroxyalkyl-  
rest mit höchstens 4 Kohlenstoffatomen  
darstellen.

26.01.83

- 12 -

1

11. Färbemittel für Keratinfasern und insbesondere für  
5 Haare, dadurch gekennzeichnet, daß es in einem  
geeigneten Träger mindestens eine Verbindung  
der allgemeinen Formel (I) oder ein entsprechendes  
Säureadditionssalz enthält, worin:

10 -Z für eine  $\text{NH}_2$ -Gruppe in para- oder ortho-Stellung  
bezogen auf  $\text{NR}_1\text{R}_2$  steht, und

A,  $\text{R}_1$  und  $\text{R}_2$  die in Anspruch 10 angegebenen  
Bedeutungen besitzen.

15

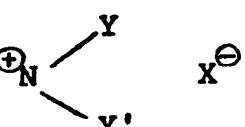
12. Mittel nach einem der Ansprüche 10 oder 11,  
dadurch gekennzeichnet, daß die Verbindungen der  
Formel I in dem Mittel in einer Konzentration  
20 von 0,001 bis 4 Gew.-%, bezogen auf das Gesamt-  
gewicht des Mittels, enthalten sind.

13. Färbemittel für Keratinfasern und insbesondere  
25 für Haare, welches in einem geeigneten Träger  
mindestens eine Oxydationsbase enthält,

30 dadurch gekennzeichnet, daß es außerdem mindestens  
eine Verbindung der Formel (I) oder ein ent-  
sprechendes Säuresalz davon enthält, wobei

-Z für eine  $\text{NH}_2$ -Gruppe in meta-Stellung zu  
 $\text{NR}_1\text{R}_2$  steht,

35

- A die Bedeutungen NY oder  $\text{N}^+$    $\text{X}^-$  hat;

26.01.83

- 13 -

1

worin Y für zwei gleiche oder verschiedene Niedrigalkyl oder Niedrighydroxyalkylgruppen mit höchstens 4 Kohlenstoffatomen steht, wobei diese beiden Gruppen gegebenenfalls mit dem Stickstoffatom, an das sie gebunden sind, einen Morphin- oder Piperidinheterocyclus bilden, wobei einer oder beide Y-Substituenten darüber hinaus für Wasserstoff stehen können, wenn A allein NY bedeutet, Y' eine Niedrigalkyl-Substituentengruppe mit höchstens 4 Kohlenstoffatomen und Y ein Anion bedeuten;

15 -  $R_1$  und  $R_2$ , die gleich oder verschieden sein können, für ein Wasserstoffatom oder einen Niedrigalkyl- oder Niedrighydroxyalkylrest mit höchstens 4 Kohlenstoffatomen stehen,

20 wobei, wenn A für NY steht, und wenn Z in 4 Stellung am Benzolring und  $NR_1R_2$  in 2-Stellung sind,  $R_1$  und  $R_2$  beide ein Wasserstoffatom bedeuten, einer der beiden Y-Substituenten

25 keine Äthylgruppe darstellt, wenn der andere Substituent ein Wasserstoffatom darstellt, und die beiden Substituenten, welche Y darstellen, nicht mit dem Stickstoffatom, das sie trägt, einen Morphin- oder Piperidin-Heterocyclus bilden.

30

14. Mittel nach Anspruch 13, dadurch gekennzeichnet, daß die Verbindungen der Formel I in dem Mittel in einer Konzentration zwischen twa 0,001 und 2,5 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgewicht des Mittels, enthalten sind.

35

26.01.83

- 14 -

1

15. Mittel nach einem der Ansprüche 10 bis 14,  
dadurch gekennzeichnet, daß es mindestens eine  
Oxydationsbase, ausgewählt unter den p-Phenylen-  
diaminen, p-Aminophenolen oder den heterocyclischen  
Basen, enthält.

10

16. Mittel nach einem der Ansprüche 10 bis 15, dadurch  
gekennzeichnet, daß es mindestens einen Kuppler,  
ausgewählt unter Resorcin, Brenzkatechin, 2-Methyl-  
resorcin, 2-Äthyl-resorcin, m-Aminophenol,

15

2-Methyl-5-amino-phenol, 2-Methyl-N-(β-hydroxy-  
äthyl)-5-amino-phenol, 6-Hydroxy-benzomorpholin,  
2,6-Dimethyl-3-acetylamino-phenol, 2-Methyl-  
5-carbäthoxyamino-phenol, 2-Methoxy-5-carbäthoxy-  
amino-phenol, 2-Methyl-5-ureido-phenol, 2,4-Diamino-  
phenoxy-äthanol, 2,4-Diamino-anisol, 2,6-Dimethyl-  
m-phenyldiamin, (2-Amino-4-N-methylamino)-phenoxy-  
äthanol, (2,4-Diamino)-phenyl-β-methoxyäthyl-  
äther, (2,4-Diamino)-phenyl-β-mesylaminoäthyläther,

20

2-N-Carbamyl-methylamino-4-amino-anisol,

25

3-Amino-4-methoxy-phenol, α-Naphthol, 2,6-Diamino-  
pyridin, 3,5-Diamino-2,6-dimethoxy-pyridin,  
1-Phenyl-3-methyl-5-pyrazolon, (2-Amino-4-N-β-  
hydroxyäthylamino)-phenyl-β-hydroxypropyläther  
enthält.

30

17. Mittel nach einem der Ansprüche 10 bis 16, dadurch  
gekennzeichnet, daß es o-Phenyldiamine und  
o-Aminophenole, gegebenenfalls am Ring oder an  
den Aminfunktionen substituiert, oder auch  
o-Diphenol enthält.

35

26.01.63

- 15 -

1

18. Mittel nach einem der Ansprüche 10 bis 17,  
dadurch gekennzeichnet, daß es Farbstoffvorläufer  
der Benzolreihe enthält, welche am Kern mindestens  
3 Substituenten, ausgewählt unter Hydroxy-,  
Methoxy- oder Aminogruppen aufweisen.
- 10 19. Mittel nach einem der Ansprüche 10 bis 18, dadurch  
gekennzeichnet, daß es Chinonfarbstoffe enthält.
- 15 20. Mittel nach einem der Ansprüche 10 bis 19,  
dadurch gekennzeichnet, daß es Indoaniline, Indo-  
phenole, Indamine oder deren Leucoderivate,  
enthält.
- 20 21. Mittel nach einem der Ansprüche 10 bis 20,  
dadurch gekennzeichnet, daß es Azofarbstoffe,  
Anthrachinonfarbstoffe oder Nitrofarbstoffe der  
Benzolreihe enthält.
- 25 22. Mittel nach einem der Ansprüche 10 bis 21,  
dadurch gekennzeichnet, daß sein pH zwischen  
5 und 11,5 liegt.
- 30 23. Mittel nach einem der Ansprüche 10 bis 22,  
dadurch gekennzeichnet, daß es mindestens ein  
Hilfsmittel, ausgewählt unter Penetrationsmitteln,  
grenzflächenaktiven Mitteln, Verdickungsmitteln,  
35 Antioxydantien, Alkalisierungs oder Ansäu erungs-

26.01.83

- 16 -

1

mitteln, Parfums, Sequestriermitteln, filmbildenden  
Produkten, Pflegemitteln, Lösungsmitteln und  
5 Antioxydantien enthält.

24. Mittel nach einem der Ansprüche 11 bis 23,  
dadurch gekennzeichnet, daß es zum Zeitpunkt der  
10 Anwendung ein Oxydationsmittel enthält.

25. Mittel nach einem der Ansprüche 10 bis 24,  
dadurch gekennzeichnet, daß es in Form einer  
15 Flüssigkeit, als Creme, Gel oder Aerosol vorliegt.

26. Verfahren zum Färben von Haaren,  
dadurch gekennzeichnet, daß man ein  
20 Mittel gemäß einem der Ansprüche 10, 24 oder 25  
auf das Haar 10 bis 45 Minuten ein-  
wirken läßt, spült, gegebenenfalls wäscht und  
erneut spült und trocknet.

25

27. Verfahren nach Anspruch 26, bei dem das verwendete  
Färbemittel mindestens eine Oxydationsbase  
enthält,  
dadurch gekennzeichnet, daß man zum Zeitpunkt der  
30 Anwendung dem verwendeten Färbemittel eine aus-  
reichende Menge Oxydationsmittel zusetzt.

PROF. DR. DR. J. REITSTÖTTER ... DR. WERNER KINZEBACH

DR. ING. WOLFRAM BÜNTE (1950-1976)

- 12 -

REITSTÖTTER, KINZEBACH & PARTNER  
PFACH 780, D-8000 MÜNCHEN 43

PATENTANWÄLTE  
ZUGELASSENE VERTRETER BEIM  
EUROPÄISCHEN PATENTAMT  
EUROPEAN PATENT ATTORNEYS

TELEFON: (089) 2 71 69 83  
TELEX: 05215208 ISAR D  
BAUERNSTRASSE 22, D-8000 MÜNCHEN 40

VNR: 104 523

München, 26. Januar 1983.

UNSERE AKTE:  
OUR REF: M/24 003

(REFF:

L'OREAL  
14, rue Royale  
F-75008 Paris

---

Aminoverbindungen, Verfahren zu deren Herstellung,  
Färbemittel, die sie enthalten und Verfahren  
zum Färben von Haaren

---

26.01.83

- x -

1

- 16 -

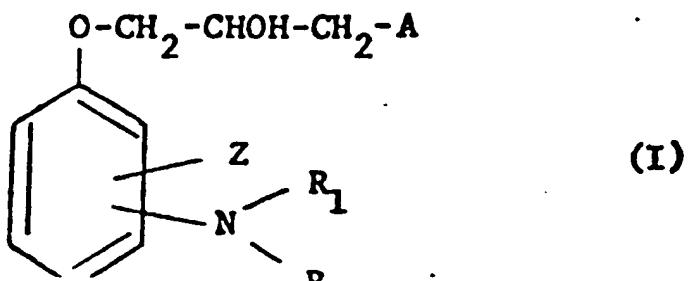
5 .

10 Die vorliegende Erfindung betrifft neue 1-(Phenoxy-substituierte)-3-amino-2-propanol-verbindungen, deren extra-nukleare Amingruppe gegebenenfalls substituiert sein kann, und ein Verfahren zu ihrer Herstellung. Die Erfindung betrifft auch

15 Färbemittel für Haare, welche diese neuen Verbindungen enthalten und ein Verfahren zum Färben, welches diese Mittel anwendet.

Die Erfindung schlägt eine neue Klasse von Verbindungen vor, welche in Haarfärbemitteln verwendet werden können, und die starke lichtechte Färbungen mit guter Resistenz gegen Witterungseinflüsse und Waschen liefern. Die Erfindung hat außerdem zum Ziel, eine neue Klasse von Verbindungen vorzuschlagen, welche sehr unschädlich sind und auch bezüglich Mutagenität zufriedenstellend sind.

30 Die vorliegende Erfindung betrifft Amino-Verbindungen der allgemeinen Formel (I) und entsprechende Säuresalze:



3302334

- 2 -

1

一空一

worin:

5

- z für  $\text{NO}_2$  oder  $\text{NH}_3$  steht;

-A die Bedeutung NY oder die Gruppe  
hat, wobei

10

**Y** zwei gleiche oder verschiedene Niedrigalkyl- oder Hydroxyniedrigalkyl-gruppen bedeutet, welche höchstens 4 Kohlenstoffatome aufweisen, wobei diese beiden Gruppen gegebenenfalls mit dem Stickstoffatom, an das sie gebunden sind, einen Morphin- oder Piperidinheterocyclus bilden, einer oder beide

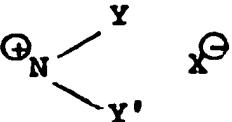
16

20

- $R_1$  und  $R_2$  gleich oder verschieden sind und ein Wasserstoffatom oder einen Niedrigalkyl- oder Hydroxyniedrigalkylrest mit höchstens 4 Kohlenstoffatomen bedeuten,

30

unter dem Vorbehalt, daß wenn A für NY steht,  
1) wenn Z in 4-Stellung am Benzolring und  
NR<sub>1</sub>R<sub>2</sub> in 2-Stellung sind, R<sub>1</sub> und R<sub>2</sub> beide  
ein Wasserstoffatom bedeuten, einer der  
beiden Y-Substituenten  
keine Athylgruppe bedeutet wenn der andere  
Substituent ein Wasserstoffatom bedeutet,  
und die beiden Y-Substituenten  
... mit dem Stickstoffatom, an das sie



26.01.83

- 2 -

. 20-

1

5

10

15

20

25

30

gebunden sind, einen Morpholin- oder  
Piperidin-Heterocyclus bilden, und

2) wenn einer der beiden Y-Substituenten  
für ein Wasserstoffatom oder  
eine Alkylgruppe steht und der andere  
eine Alkylgruppe bedeuten kann, z nicht in  
3-Stellung und NR<sub>1</sub>R<sub>2</sub> nicht in 2-Stellung  
stehen, R<sub>1</sub> ein Wasserstoffatom und R<sub>2</sub>  
ein Wasserstoffatom oder eine Alkylgruppe  
bedeuten.

X kann vorzugsweise ein Halogenatom, insbe-  
sondere Chlor sein.

Die vorliegende Erfindung betrifft auch ein Verfah-  
ren zur Herstellung von Verbindungen der Formel I  
und von entsprechenden Säureadditionssalzen, worin:

- Z für NO<sub>2</sub> oder NH<sub>2</sub> steht,

- A die Bedeutung NY hat,

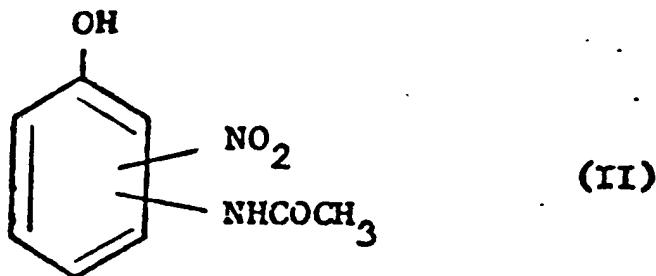
wobei Y für zwei gleiche oder verschiedene Niedrig-  
alkyl- oder Hydroxyniedrigalkylgruppen  
mit höchstens 4 Kohlenstoffatomen steht, wobei  
diese beiden Gruppen gegebenenfalls mit dem  
Stickstoffatom, an das sie gebunden sind, einen  
Morpholin- oder Piperidin-Heterocyclus bilden,  
wobei einer der Y-Substituenten außerdem  
Wasserstoff sein kann;

26.01.83

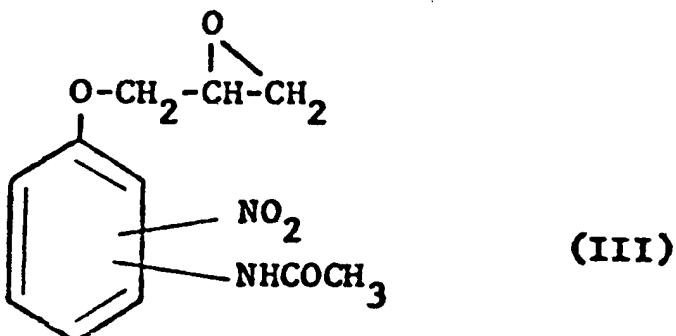
- A - 21 -

1    - R<sub>1</sub> und R<sub>2</sub> für Wasserstoffatome stehen, vorausgesetzt  
     daß Z in 4-Stellung am Benzolring und  
     NR<sub>1</sub>R<sub>2</sub> in 2-Stellung stehen, einer der  
     Y-Substituenten nicht für eine  
5    Athylgruppe steht während der andere Substituent  
     für ein Wasserstoffatom steht, und die beiden  
     Substituenten, die Y bilden mit dem Stickstoff-  
     atom, das sie trägt, keinen Morpholin- oder  
     Piperidinring bilden, gekennzeichnet durch folgende  
0    Stufen:

a) man läßt auf die bekannte Verbindung der Formel  
II:



20    Epichlorhydrin einwirken, und erhält die Ver-  
     bindung der Formel III:



26.01.83

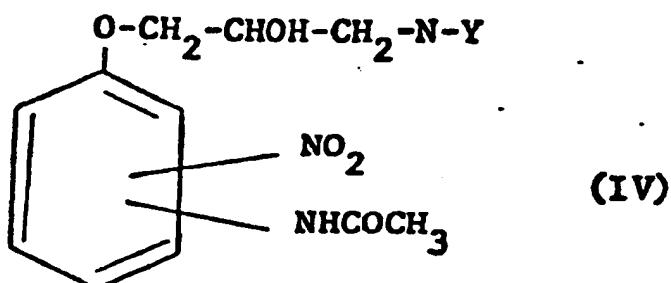
- 5 -

1

• 22.

b) man lässt auf die Verbindung der Formel III  
 5 ein Amin der Formel HNY einwirken, worin  
 Y die oben angegebenen Bedeutungen besitzt,  
 und erhält die Verbindungen der Formel IV:

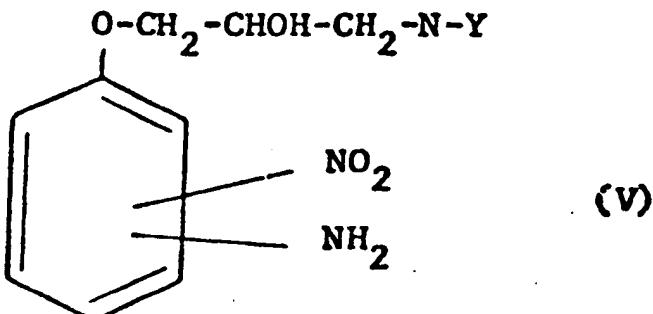
10



15

c) man lässt auf die Verbindungen der Formel IV  
 eine starke Säure, wie Chlorwasserstoffsäure,  
 20 einwirken, und erhält die Verbindungen der  
 Formel V:

25



und

30

d) um gegebenenfalls zu den Verbindungen der Formel I  
 zu gelangen, worin Z für  $\text{NH}_2$  steht, führt man  
 eine Reduktion durch, beispi lsweise mit Zinkpulver  
 in alkoholischem Medium in Gegenwart von  
 35 Ammoniumchlorid, oder durch katalytische Hydrierung,  
 wobei man Palladium auf Kohlenstoff als Katalysator.

26.01.68

- 6 -

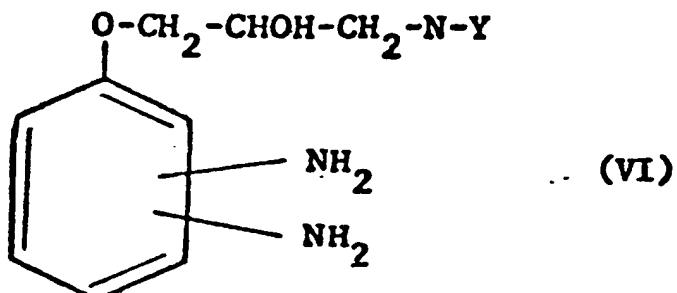
- 23.

1

5

verwenden kann, und erhält die Verbindungen der  
Formel VI:

10



15

Die vorliegende Erfindung betrifft auch ein Verfahren  
zur Herstellung von Verbindungen der Formel I  
und der entsprechenden Säuresalze, worin:

20

- Z für NO<sub>2</sub> oder NH<sub>2</sub> steht,
- A die Bedeutung NY hat,

25

wobei Y zwei gleiche oder verschiedene Niedrig-  
alkyl- oder Hydroxyniedrigalkyl-  
gruppen mit höchstens 4 Kohlenstoffatomen auf-  
weist, wobei diese beiden Gruppen gegebenenfalls  
zusammen mit dem Stickstoffatom das sie trägt,  
einen Morpholin- oder Piperidin-Heterocyclus  
bildet, und einer oder beide Substituenten  
welche Y bilden außerdem für Wasserstoff stehen  
können;

30

35

- R<sub>1</sub> und R<sub>2</sub> die gleich oder verschieden sind und  
ein Wasserstoffatom oder einen Alkyl- oder  
Niedrighydroxyalkylrest bilden, der höchstens  
4 Kohlenstoffatome trägt, der Fall daß

26.01.53

- 7 -

- 4 -

1

5

10

15

20

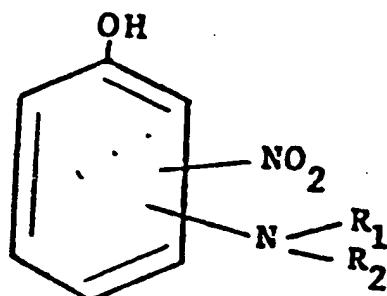
25

30

35

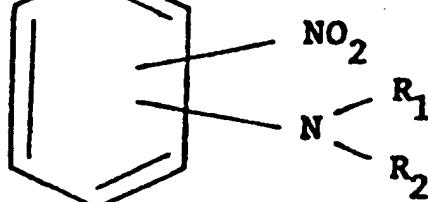
$R_1 = R_2 = H$  ausgeschlossen,

wobei man in diesem Verfahren als Ausgangsprodukt Verbindungen der allgemeinen Formel VII:



(VII)

verwendet, worin R<sub>1</sub> und R<sub>2</sub> die vorstehend angegebenen Bedeutungen besitzen, und nach und nach die in den Stufen a) und b) wie oben aufgeführt, erwähnten Reaktionen durchführt, um ein Produkt der Formel VIII zu erhalten:



(VIII)

worin Y, R<sub>1</sub> und R<sub>2</sub> die oben angegebenen Bedeutungen besitzt, und wenn man eine Verbindung der Formel I erhalten will, oder ein entsprechendes Säuresalz, worin Z für NH<sub>2</sub> steht, und A die Bedeutung NY hat, man die Verbindungen der Formel VIII reduziert, wie oben für Stufe d) angegeben.

26.01.83

- 8 -

1

25-

5 Wenn keiner der Y-Substituenten ein Wasserstoffatom ist, kann man ein Herstellungsverfahren anwenden, bei dem man von Verbindungen der Formel II ausgeht, die Stufen a), b), c) und d) durchführt, dann eine der am Ring befindlichen Aminogruppen der Verbindungen der Formel VI ersetzt, z.B. in dem man das entsprechende Arylsulfonamid substituiert und dieses substituierte Arylsulfonamid sauer hydrolysiert.

10

15 Die vorliegende Erfindung betrifft auch ein Verfahren zur Herstellung von Verbindungen der Formel (I), worin:

20 - Z für  $\text{NO}_2$  oder  $\text{NH}_2$  steht,

25 - A die Bedeutung  $\begin{array}{c} \oplus \\ \text{N} \\ \diagdown \quad \diagup \\ \text{Y} \quad \text{X}^G \\ \diagup \quad \diagdown \\ \text{Y}' \end{array}$  hat,

wobei Y für zwei gleiche oder verschiedene Niedrigalkyl- oder Hydroxyniedrigalkyl-  
gruppen steht, welche höchstens 4 Kohlenstoffatome aufweisen, wobei diese beiden Gruppen gegebenenfalls zusammen mit dem Stickstoffatom, an das sie gebunden sind, einen Morpholin- oder Piperidin-Heterocyclus bilden,

30 Y' für eine Niedrigalkylgruppe mit bis zu 4 Kohlenstoffatomen steht, und X ein Anion bedeutet;

35 -  $\text{R}_1$  und  $\text{R}_2$ , die gleich oder verschieden sind, ein Wasserstoffatom oder einen Niedrigalkyl- oder Niedrighydroxyalkylrest, mit höchstens 4 Kohlenstoffatomen bedeuten,

36.01.83

- 9 -

1

- 46 -

wobei man die am Ring b findlichen Aminfunktionen der entsprechenden tertiären Verbindung durch

5 Acetylierung schützt, und dann ein Quaternisierungs-  
mittel einwirken läßt. Schließlich entacetyliert  
man durch Einwirkung einer Säure und gegebenenfalls  
kann man gleichzeitig das Quaternisierungsanion  
austauschen.

10

Für den Fall daß z für eine Nitrogruppe steht,  
sind die Verbindungen der Formel I Direktfarbstoffe,  
die zum Färben von Keratinfasern, und insbesondere  
von Haaren, brauchbar sind. Man hat festgestellt,

15 daß diese Verbindungen in den üblicherweise zum  
Haarfärben verwendeten Lösungsmitteln gut löslich  
sind. Man kann sie dabei in ausreichend hoher Konzen-  
tration verwenden und der Keratinfaser eine kräftige,  
gut egalisierende Färbung verleihen. Die erhaltene  
20 Färbung ist sehr lichtecht und hat gute Witterungs-  
stabilität. Außerdem sind entsprechende Haarfärbungen  
völlig unschädlich.

Die Erfindung betrifft deshalb ebenfalls  
ein Mittel zum Färben von Keratinfasern

25 und insbesondere von Haaren, das dadurch gekennzeichnet  
ist, daß es in einem kosmetischen Träger mindestens  
eine Verbindung der allgemeinen Formel (I) oder ein  
Säureadditionssalz davon enthält, worin:

30

- z für eine Nitrogruppe steht;

- A für NY oder  $\begin{array}{c} \oplus \\ N \\ \backslash \quad / \\ Y \quad X^{\ominus} \\ \backslash \quad / \\ Y' \end{array}$  steht,

35

wobei Y für zwei gleiche oder verschiedene Niedrig-  
alkyl oder Niedrighydroxyalkylgruppen mit höchstens  
4 Kohlenstoffatomen steht und diese beiden

26.01.63

- 10 -

1

27

Gruppen gegebenenfalls mit dem Stickstoffatom,  
5 das sie trägt, einen Morpholin- oder Piperidin-  
ring bilden, wobei einer oder beide Y-Substi-  
tuenten außerdem für Wasserstoff stehen können,  
wenn A allein NY bedeutet,  
Y' steht für eine Niedrigalkylgruppe mit höchstens  
10 4 Kohlenstoffatomen und  
X bedeutet ein Anion;

R<sub>1</sub> und R<sub>2</sub> die gleich oder verschieden sein können,  
ein Wasserstoffatom oder einen Niedrigalkyl-  
15 oder Hydroxyniedrigalkylrest mit höchstens 4  
Kohlenstoffatomen bedeuten.

Nach einer bevorzugten Ausführungsform enthält das  
erfindungsgemäße Färbemittel 0,001 % bis 4 Gew.-%  
20 mindestens einer Verbindung der Formel (I).

Wenn Z für eine NH<sub>2</sub>-Gruppe steht, sind die Verbindungen  
der Formel I entweder Oxydationsbasen, nämlich wenn es  
sich um para- oder ortho-Diamine handelt, oder es sind  
25 Kuppler, die zusammen mit den Oxydationsbasen verwendet  
werden sollen, nämlich wenn es sich um m-Diamine handelt.

Wenn die Verbindung der Formel I eine Oxydationsbase  
ist, betrifft die Erfindung auch ein Färbemittel  
30 für Keratinfasern, insbesondere für Haare,  
welches in einem geeigneten Träger mindestens  
eine Verbindung der Formel I, oder ein entsprechendes  
Säuresalz enthält, worin:

26.01.63

- 14 -

1

- 25 -

- Z für eine NH<sub>2</sub>-Gruppe steht,

5

- A die Bedeutung NY oder  $\begin{array}{c} \text{N}^+ \\ | \\ \text{Y} \\ \backslash \\ \text{Y}' \end{array}$  X<sup>⊖</sup> hat,

10

wobei Y für zwei gleiche oder verschiedene Niedrigalkyl- oder Hydroxyniedrigalkylgruppen mit höchstens 4 Kohlenstoffatomen steht,

15

wobei diese beiden Gruppen gegebenenfalls mit dem Stickstoffatom, an das sie gebunden sind, einen Morpholin- oder Piperidin-Heterocyclus bilden, wobei der eine oder beide Y-Substituenten außerdem Wasserstoff bedeuten können, wenn A nur für NY steht,

20

Y' steht für eine Niedrigalkylgruppe mit höchstens 4 Kohlenstoffatomen und X bedeutet ein Anion;

und

25

-R<sub>1</sub> und R<sub>2</sub>, die gleich oder verschieden sein können, bedeuten ein Wasserstoffatom oder einen Niedrigalkyl- oder Niederighydroxyalkylrest mit höchstens 4 Kohlenstoffatomen.

30

Nach einer bevorzugten Ausführungsform wird die Verbindung der Formel I in einer Menge zwischen 0,001 und 4 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgewicht des Mittels, verwendet.

35

Ist die Verbindung der Formel I ein m-Phenyldiamin, so betrifft die Erfindung auch Färbemittel für Keratinfasern, und insbesondere für Haare, welche in einem geeigneten Träger mindestens eine Oxydationsbase enthalten, und dadurch gekennzeichnet sind,

26.01.83

- 12 -

1

• 2g.

daß sie darüber hinaus mindestens eine Verbindung  
5 der Formel I oder ein entsprechendes Säuresalz davon  
enthalten, wobei:

- Z für eine NH<sub>2</sub>-Gruppe steht,

10 - A die Bedeutungen NY oder  $\begin{array}{c} \oplus \\ N \\ \diagdown Y \\ \diagup Y' \end{array}$  X<sup>⊖</sup> aufweist,

wobei

Y für zwei gleiche oder verschiedene Niedrig-  
alkyl oder Niedrighydroxyalkylgruppen mit  
15 höchstens 4 Kohlenstoffatomen steht, wobei  
diese beiden Gruppen gegebenenfalls mit dem  
Stickstoffatom, das sie trägt, einen Morphin-  
oder Piperidin-Heterocyclus bilden,  
oder einer oder beide Y-Substituenten außerdem  
20 Wasserstoff bedeuten können, wenn A nur für  
NY steht,

Y' eine Niedrigalkylgruppe mit bis zu 4 Kohlen-  
stoffatomen bedeutet und

X für ein Anion steht;

25

- R<sub>1</sub> und R<sub>2</sub>, die gleich oder verschieden sein können,  
und ein Wasserstoffatom oder einen Hydroxy-  
niedrigalkylrest mit höchstens 4 Kohlenstoff-  
atomen bedeuten,

30

Wobei, wenn A für NY steht, und  
wenn Z in 4 Stellung am Benzolring und  
wenn NR<sub>1</sub>R<sub>2</sub> in 2-Stellung davon ist,

35

R<sub>1</sub> und R<sub>2</sub> beide für ein Wasserstoffatom stehen,  
wobei einer der Y-Substituenten k eine Äthyl-  
gruppe darstellt, wenn der andere Substituent  
Wasserstoff darstellt, und beide Y-Substituenten  
sind mit dem Stickstoffatom, an das sie

26.01.83

- 23 -

1

- 30 -

5 gebunden sind, einen Morphin- oder Piperidin-heterocycloids bilden.

Die Verbindung der Formel I wird vorzugsweise in einer Menge zwischen 0,001 % und 2,5 %, bezogen auf das Gesamtgewicht des Mittels, eingesetzt.

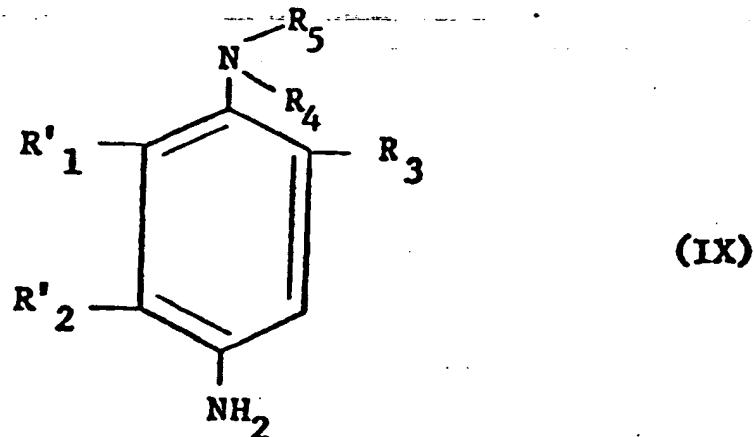
10

Die erfindungsgemäßen Färbemittel können außer den Verbindungen der Formel I noch Oxydationsbasen enthalten, wie:

15

A) Paraphenyldiamine der allgemeinen Formel IX

20



25

oder deren entsprechende Säureadditionssalze, worin R'<sub>1</sub>, R'<sub>2</sub> und R<sub>3</sub> gleich oder verschieden sind und für ein Wasserstoffatom, einen Alkylrest mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen, einen Alkoxyrest mit 1 oder 2 Kohlenstoffatomen oder einen Halogenrest stehen;

30

worin R<sub>4</sub> und R<sub>5</sub>, die gleich oder verschieden sind, ein Wasserstoffatom, einen Alkyl-, Hydroxy-alkyl-, Alkoxyalkyrest, worin die Alkoxygruppe 1 oder 2 Kohlenstoffatome bedeutet,

35

26.11.83

- 14 -

1 - 34 -

Carbamylalkyl-, Alkylsulfonamidoalkyl-, Acetyl-  
5 aminoalkyl-, Ureidoalkyl-, Carbäthoxyaminoalkyl-,  
Aminoalkyl-, Monoalkylaminoalkyl-,

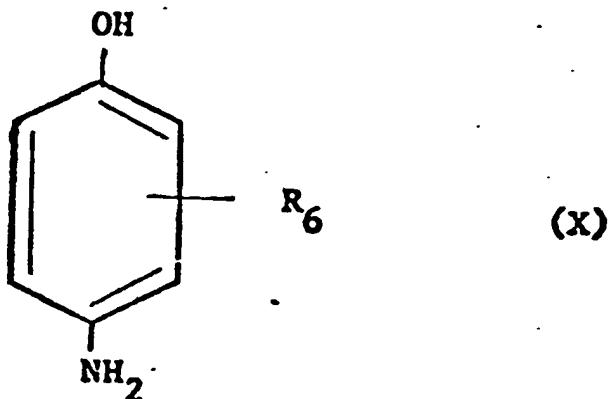
Dialkylaminoalkyl-, Piperidinoalkyl-, Morpholino-  
alkyl-Rest bedeuten,

wobei die Alkylgruppen von  $R_4$  und  $R_5$  1 bis 4  
Kohlenstoffatome aufweisen,

10 oder  $R_4$  und  $R_5$  bilden zusammen mit dem Stickstoff-  
atom, an das sie gebunden sind, eine Piperidino-  
oder Morpholino-Gruppe, unter der Bedingung  
daß  $R'_1$  und  $R_3$  für ein Wasserstoffatom stehen  
wenn  $R_4$  und  $R_5$  nicht Wasserstoff bedeuten;

15 oder

B) die p-Aminophenole der allgemeinen Formel X



oder deren Säuresalze, wobei in dieser Formel

30  $R_6$  für ein Wasserstoffatom, einen Alkylrest  
mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen oder ein Halogen-  
atom, wie beispielsweise Chlor oder Brom, steht.

C) Heterocyclische Basen, wie 2,5-Diaminopyridin,  
3-Methyl-7-amino-benzomorpholin, 5-Aminoindol.

35

Die erfindungsgemäßen Färbemittel können außer den

5 Verbindungen der Formel I noch folgende Produkte  
enthalten:

- 1) Wenn das Mittel mindestens eine Oxydationsbase  
enthält, so umfaßt das Mittel mindestens einen  
10 Kuppler, ausgewählt unter Resorcin, Brenzkatechin,  
2-Methyl-resorcin, 2-Äthyl-resorcin, m-Aminophenol,  
2-Methyl-5-amino-phenol, 2-Methyl-5-N-(8-hydroxy-  
äthyl)-amino-phenol, 6-Hydroxy-benzomorpholin,  
2,6-Dimethyl-3-acetylarnino-phenol, 2-Methyl-5-  
15 carbäthoxyarnino-phenol, 2-Methoxy-5-carbäthoxy-  
arnino-phenol, 2-Methyl-5-ureido-phenol,  
2,4-Diamino-phenoxyäthanol, 2,4-Diamino-anisol,  
2,6-Dimethyl-m-phenylen diamin, (2-Amino-4-N-  
methyldarnino)-phenoxyäthanol, (2,4-Diamino)-phenyl-  
20 8-Methoxyäthyläther, (2,4-Diamino)-phenyl-  
8-Mesylarninoäthyläther, 2-N-Carbamylmethyldarnino-  
4-amino-anisol, 3-Amino-4-methoxy-phenol,  $\alpha$ -Naphthol,  
2,6-Diamino-pyridin, 3,5-Diamino-2,6-Dimethoxy-  
25 pyridin, 1-Phenyl-3-methyl-5-pyrazolon, (2-Amino-  
4-N-8-hydroxyäthylarnino)phenyl-8-hydroxypropyl-  
äther;
- 2) Orthophenylen diamine und Orthoaminophenole welche  
gegebenenfalls Substituenten am Ring oder an den  
30 Aminfunktionen tragen, oder auch o-Diphenol; diese  
Produkte können durch komplexe Oxydationsmechanismen  
zu neuen farbigen Verbindungen führen, sei dies  
durch Cyclisation mit sich selbst oder durch  
Einwirken auf p-Phenylen diamine;

26.01.63

- 16 -

- 33 -

1 8) Farbstoffvorläufer der Benzolreihe, welche am Kern mindestens drei Substituenten aufweisen, ausgewählt unter Hydroxy-, Methoxy- oder Aminogruppen, wie 2,6-Diamino-hydrochlorid-dihydrochlorid, 2,6-Diamino-4-N,N-bis-(äthyl)-amino-phenol-trihydrochlorid, 2,4-Diamino-phenol-dihydrochlorid, 1,2,4-Trihydroxybenzol, 2,3,5-Trihydroxy-toluol oder 4-Methoxy-2-amino-N-( $\beta$ -hydroxyäthyl)-anilin;

5 4) Chinonfarbstoffe, wie 2-Hydroxy-1,4-naphthochinon, 5-Hydroxy-1,4-naphthochinon, 2-(4'-Dihydroxyäthyl-amino)-anilino - 5-N'- $\beta$ -hydroxyäthylamino-1,4-benzochinon;

10 5) Indoaniline, Indophenole oder Indamine oder deren Leukoderivate, wie 4,4'-Dihydroxy-2-amino-5-methyl-diphenylamin, 4,4'-Dihydroxy-2-N-( $\beta$ -hydroxyäthyl)-amino-5-methyl-2'-chlor-diphenylamin, 2,4-Diamino-4-hydroxy-5-methyl-diphenylamin, 2,4-Dihydroxy-4'-N-( $\beta$ -methoxyäthyl)-amino-diphenylamin, 2,4-Dihydroxy-5-methyl-4'-N-( $\beta$ -methoxyäthyl)-amino-diphenylamin;

15 25 6) Direktfarbstoffe aus der Reihe der Azofarbstoffe, der Anthrachoninfarbstoffe und der Nitrofarbstoffe der Benzolreihe, wie 2-Amino-3-nitro-phenol, 1-Amino-2-nitro-4-N- $\beta$ -hydroxyäthylamino-5-methyl-benzol, 1-N,N-bis-( $\beta$ -Hydroxyäthyl)amino-3-nitro-4-N'-methyl-amino-benzol, 1-N,N-(methyl- $\beta$ -hydroxyäthyl)-amino-3-nitro-4-N'-( $\beta$ -hydroxyäthyl)-amino-benzol, 1-N,N-(Methyl- $\beta$ -hydroxyäthyl)-amino-3-nitro-4-N'-methylamino-benzol,<sup>↔</sup> 3-Nitro-4-N-( $\beta$ -hydroxyäthyl)amino-phenol, (3-Nitro-4-amino)-phenoxyäthanol, 3-Nitro-4-N-( $\beta$ -hydroxyäthyl)-aminoanisol,

20 30 35

(3-Nitro-4-N-methylamino)phenoxyäthanol,  
5 3-N-Methylamino-4-nitro-phenoxyäthanol,  
(3-Nitro-4-N-β-amino-äthylamino)phenoxyäthanol,  
2-N-(β-Hydroxyäthyl)amino-5-nitro-anisol,  
1,4,5,8-Tetramino-anthrachinon;

10 7) diverse Adjuvantien, wie Wasser, Penetrationsmittel, grenzflächenaktive Mittel, Verdickungsmittel, Antioxydantien, alkalisch oder sauer machende Mittel, Parfums, Sequestriermittel, filmbildende Mittel und Pflegemittel.

15 Der pH der erfindungsgemäßen Färbemittel liegt zwischen 5 und 11,5. Zu den alkalisch machenden Mitteln, die verwendet werden können, gehören Ammoniak, Alkylamine, wie Äthylamin oder Tri-äthylamin, Alkanolamine, wie Mono-, Di- oder Triäthanolamin, Alkyl-alkanolamine, wie Methyl-diäthanoamin, Natrium- oder Kaliumhydroxyde, Natrium-, Kalium- oder Ammoniumcarbonat. Zu den sauer machenden Mitteln, die verwendet werden können, gehören Milchsäure, Essigsäure, Weinsäure und Phosphorsäure.

20 25 Man kann den erfindungsgemäßen Mitteln auch wasserlösliche grenzflächenaktive Mittel, anionische, kationische, nicht-ionische, amphotherische oder deren Mischungen zusetzen. Zu den besonders gern verwendeten grenzflächenaktiven Mitteln gehören Alkylbenzolsulfonate, Alkylnaphthalin-sulfonate, Sulfate, Äthersulfate, und Sulfonate von Fettalkoholen, quaternäre Ammoniumsalze, wie Trimethylcetyl-Ammoniumbromid,

30 35

1

Cetyl-pyridiniumbromid, Fettsäurediethanolamide oder auch polyoxyäthylenierte oder polyglycerinierte Säuren, Alkohole oder Alkylphenole. Vorzugsweise sind die grenzflächenaktiven Mittel in den erfindungsgemäßen Mitteln in einer Menge von etwa 0,5 bis 55 Gew.-%, vorzugsweise von 4 bis 40 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgewicht des Mittels, enthalten.

10

Man kann dem erfindungsgemäßen Mittel auch organische Lösungsmittel zugeben, wie beispielsweise Äthanol, Isopropanol, Glycerin, Glycole und deren Äther, wie 2-Butoxy-äthanol, Äthylenglycol, Propylenglycol, Diäthylenglycol-monoäthyläther und -monomethyläther, und analoge Lösungsmittel. Die Lösungsmittel können in dem Mittel in einem Prozentsatz von 1 bis 40 Gew.-%, und vorzugsweise, von 5 bis 30 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgewicht des Mittels, enthalten sein.

Die Verdickungsmittel, welche erfindungsgemäß zugesetzt werden können, sind vorteilhaft ausgewählt unter Natriumalginat, Gummi-arabicum, Cellulosederivaten, wie Methylcellulose, Hydroxyäthylcellulose, Hydroxy-propylmethylcellulose, Carboxymethylcellulosenatriumsalz und Acrylsäurepolymerisaten; man kann auch anorganische Verdickungsmittel, wie Bentonit, verwenden.

Vorzugsweise sind die Verdickungsmittel in einer Menge von 0,5 bis 5 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgewicht des Mittels, und besonders vorteilhaft in einer Menge von 0,5 bis 3 Gew.-%, enthalten.

26.01.83

- 29 -

1

- 36 -

Die Antioxydantien, die man dem Mittel zugeben kann,  
5 sind vorteilhafterweise ausgewählt unter Natrium-  
sulfit, Thioglycolsäure, Mercaptobernsteinsäure,  
Natriumbisulfit, Ascorbinsäure und Hydrochinon.  
Diese Antioxydantien können in dem Mittel in  
einer Menge von 0,05 bis 1,5 Gew.-%, bezogen  
10 auf das Gesamtgewicht des Mittels, vorliegen.

Wenn das erfindungsgemäße Färbemittel eine Oxydations-  
base enthält, so sind zum Zeitpunkt der Anwendung  
Oxydationsmittel, wie Wasserstoffperoxyd, Harnstoff-  
15 peroxyd und Persalze, wie Ammoniumpersulfat, enthalten.

Das erfindungsgemäße Färbemittel kann als Flüssigkeit,  
Creme, Gel, Aerosol oder in jeder anderen Form  
vorliegen, um Keratinfasern zu färben.

20

Die vorliegende Erfindung betrifft auch ein neues  
Verfahren zum Färben von Haar, bei dem man das  
oben definierte Mittel 10 bis 45 Minuten auf das Haar  
einwirken lässt, spült, gegebenenfalls wäscht und  
25 erneut spült, und das Haar anschließend trocknet.

Falls das verwendete Färbemittel mindestens eine  
· Oxydationsbase enthält, wird das Mittel kurz vor  
der Anwendung mit einer ausreichenden Menge  
30 Oxydantien vermischt.

35

Um die Erfindung näher zu veranschaulichen, werden  
nachstehend rein beispielhaft einige Augsführungs-  
formen aufgeführt.

26.01.63

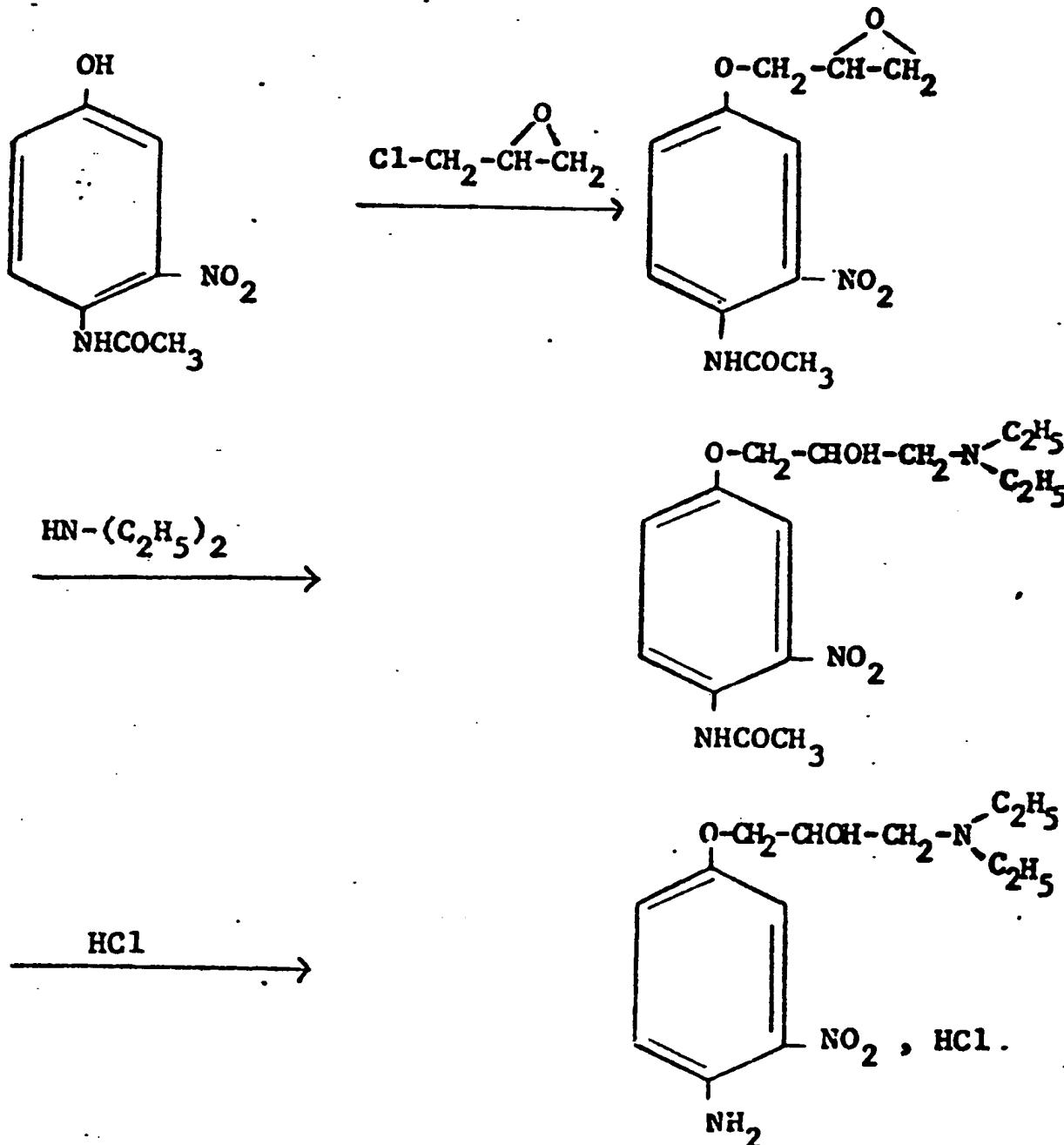
- 20 -

- 37 -

1

B e i s p i e l 1

5 Herstellung des 1-[(3'-Nitro-4'-amino)phenoxy]-3-N,N-diäthylamino-2-propanol



26.01.63

- 27 -

1

• 38 •

Erste Stufe:

5 Herstellung des 1-[(3'-Nitro-4'-acetylamino)phenoxy]-2,3-epoxy-propan

---

10 Zu einer Lösung von 73,7 g (0,376 Mol) 3-Nitro-4-acetylamino-phenol in 375 ml einer 1,1 N Natronlösung gibt man bei Umgebungstemperatur 150 ml Epichlorhydrin. Man lässt die Reaktionsmischung bei Umgebungstemperatur unter kräftigem Rühren 48 Stunden stehen, dann saugt man das erwartete ausgefallene Produkt ab. Nach dem Trocknen im Vakuum und  
15 Umkristallisation aus Benzol schmilzt dieses Produkt bei 123 °C.

	Analyse	Berechnet für:	gefunden:
		C <sub>11</sub> H <sub>12</sub> N <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	
20	C%	52,38	52,32
	H%	4,80	4,77
25	N%	11,11	11,06
	O%	31,72	31,57

Zweite Stufe

30 Herstellung des 1-[(3'-Nitro-4'-acetylamino)phenoxy]-3-N,N-diäthylamino-2-propanol

---

35 Man erhitzt während 3 Stunden 50,4 g (0,2 Mol) 1-[(3'-Nitro-4'-acetylamino)phenoxy]-2,3-epoxy-propan in 146 g Diäthylamin und 50 ml absolutem Alkohol am Rückfluß.

26.01.83

- 22 -

- 39 -

1

5 Man zieht den Alkohol und das Diäthylamin im Vakuum ab. Das zurückbleibende Öl kristallisiert langsam. Nach Umkristallisation aus Cyclohexan erhält man 58 g des gewünschten Produkts, welches bei 77 °C schmilzt.

10 Es hat folgende Analysenergebnisse:

10

Analyse	berechnet für: C <sub>15</sub> H <sub>23</sub> N <sub>3</sub> O <sub>5</sub>	gefunden
15 C%	55,37	55,40
H%	7,13	7,18
N%	12,92	12,86
O%	24,59	24,78

20

### Dritte Stufe

Herstellung des 1-[(3'-Nitro-4'-amino)phenoxy]-3-N,N-diäthylamino-2-propanol-hydrochlorid.

25

Man erhitzt 30 Minuten im siedenden Wasserbad 49,7 g (0,152 Mol) 1-[(3'-Nitro-4'-acetylamino)phenoxy]-3-N,N-diäthylamino-2-propanol in 100 ml Chlorwasserstoffsäure ( $d = 1,18$ ). Nachdem man das Reaktions-

30

medium mit Ammoniak auf pH 6 eingestellt hat, kristallisiert die Monochorhydrat von 1-[(3'-Nitro-4'-amino)phenoxy]-3-N,N-diäthylamino-2-propanol aus.

Man saugt es ab, wäscht es mit ein wenig Alkohol bei 80°, kristallisiert aus einer wässrig-äthanolisch n Mischung um und trocknet im Vakuum. Es schmilzt bei 178 °C.

35

26.01.83

- 23 -

- 49 -

1

Das erhaltene Produkt hat folgende Analysenergebnisse:

5

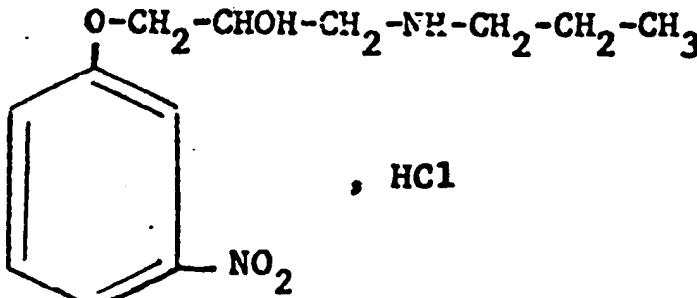
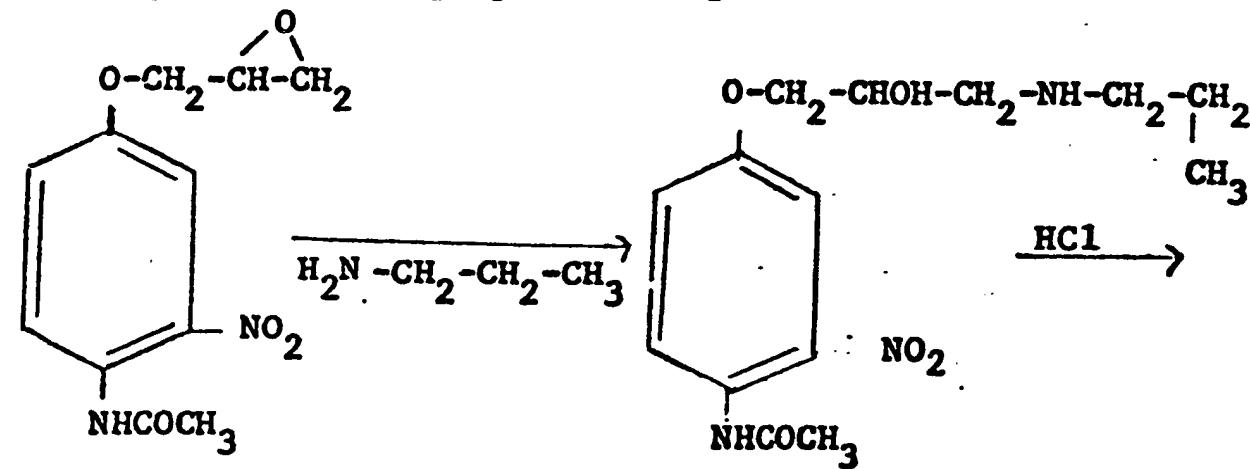
Analyse	berechnet für: $C_{13}H_{21}N_3O_4 \cdot HCl$	gefunden
C%	48,82	48,65
H%	6,93	6,90
N%	13,14	12,90
O%	20,01	20,17
Cl%	11,09	10,96

10

15

Beispiel 2

20 Herstellung des 1[(3'-Nitro-4'-amino)phenoxy]-3-N-propylamino-2-propanol-monohydrochlorids



28.01.60

- 24 -  
- 41 -

1

Erste Stufe

5 Herstellung von 1-[(3'-Nitro-4'-acetylamino)phenoxy]-3-N-propylamino-2-propanol:

Man gibt 5,0 g (0,02 Mol) 1-[(3'-Nitro-4'-acetylamino)phenoxy]-2,3-epoxy-propan, erhalten nach Stufe 1 des  
 10 Beispiels 1 in 25 ml n-Propylamin und erhitzt die Mischung dann während 3 Stunden auf 45 °C. Anschließend gießt man das Reaktionsmedium in 100 g Eiswasser, saugt ab und wäscht das ausgefallene Produkt mit Wasser. Nach Trocknen im Vakuum und Umkristallisation  
 15 aus einer Benzol-Äthylacetat-Mischung schmilzt das Produkt bei 146 °C.

	Analyse	berechnet für:	gefunden
		C <sub>14</sub> H <sub>21</sub> N <sub>3</sub> O <sub>5</sub>	
20	C%	54,01	54,00
	H%	6,80	6,86
25	N%	13,50	13,36
	O%	25,70	25,88

Zweite Stufe

30 Herstellung des Monohydrochlorids von 1-[(3'-Nitro-4'-amino)phenoxy]-3-N-propylamino-2-propanol

Man erhitzt 30 Minuten lang unter Rühren im siedenden Wasserbad 2,5 g (0,008 Mol) 1-[(3'-Nitro-4'-acetyl-amino)phenoxy]-3-N-propylamino-2-propanol in 7 ml chlorwasserstoffsäure (d = 1,18). Die abgekühlte

26.01.83

- 25 -

1

• 42.

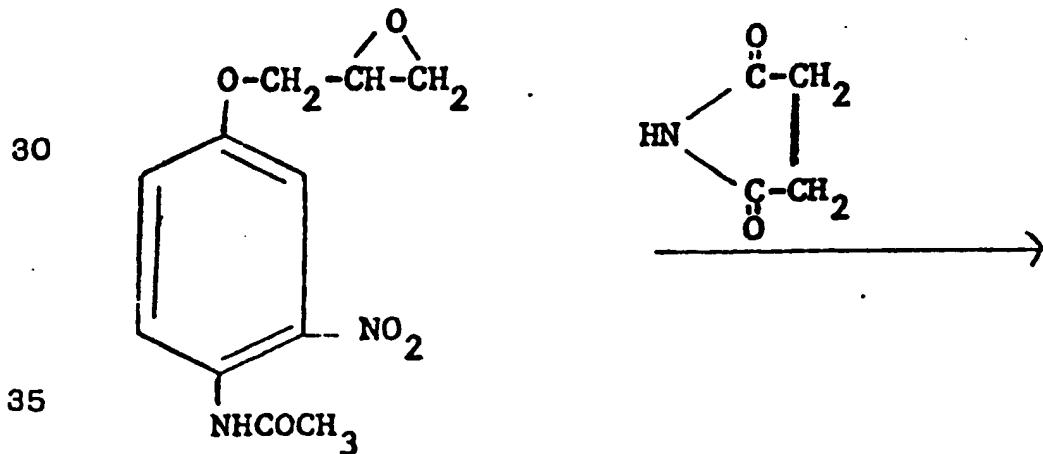
Reaktionsmischung versetzt man dann mit Ammoniak von 22 °Be bis zu einem pH von 5. Das Monohydrochlorid des gewünschten Produkts fällt aus. Man saugt es ab, wäscht es bei 80 °C mit ein wenig Alkohol und kristallisiert dann aus einer wässrig-äthanolischen Mischung um. Es schmilzt bei 224 °C.

10 Das erhaltene Produkt entspricht folgender Analyse:

	Analyse	berechnet für: C <sub>12</sub> H <sub>19</sub> N <sub>3</sub> O <sub>4</sub> ,HCl	gefunden
15	C%	47,14	47,24
	H%	6,59	6,57
	N%	13,74	13,75
	O%	20,93	20,76
20	Cl%	11,60	11,55

### Beispiel 3

25 Herstellung von 1-[(3'-Nitro-4'-amino)phenoxy]-3-amino-2-propanol

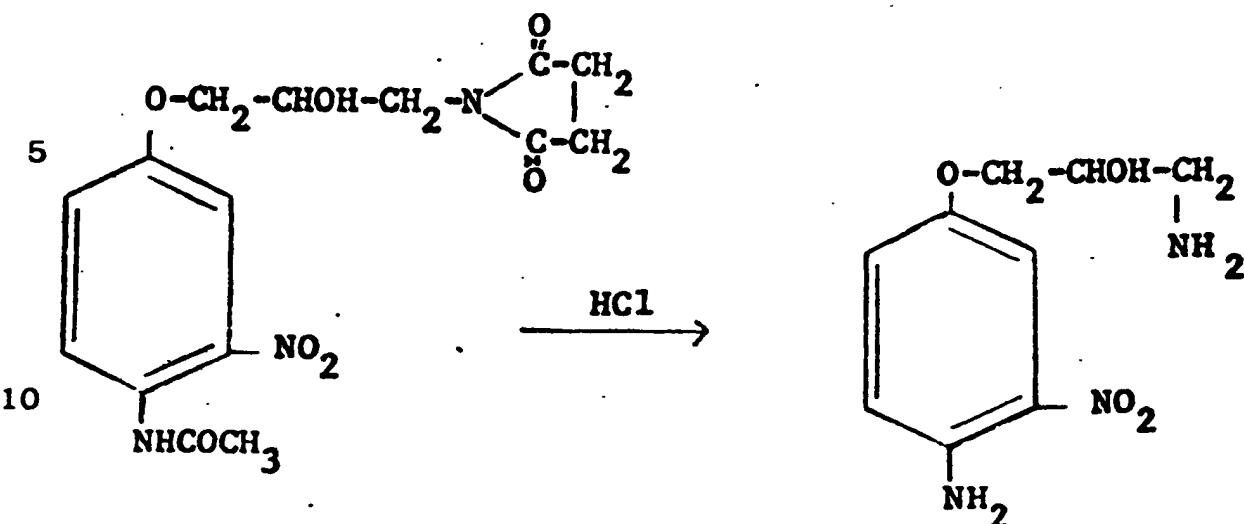


26.01.60

- 26 -

43.

1

Erste Stufe

15

Herstellung von 1-[(3'-Nitro-4'-acetylamino)phenoxy]-3-bernsteinsäure-2-propanol

50,4 g (0,2 Mol) 1-[(3'-Nitro-4'-acetylamino)phenoxy]-  
 20 2,3-epoxy-propan (hergestellt nach Stufe 1 von Beispiel  
   1) gibt man in 150 ml absolutes Äthanol, das mit  
   12 Tropfen Pyridin versetzt ist. Man gibt 23,7 g (0,24  
   Mol) Succinimid zu und erhitzt die Mischung 5 Stunden,  
   30 Minuten am Rückfluß. Durch das Abkühlen kristalli-  
 25 siert das gewünschte Produkt aus. Man saugt es ab  
   und wäscht es mit ein wenig Alkohol. Nach Umkristalli-  
   sation aus Alkohol und Trocknen im Vakuum schmilzt  
   es bei 154 °C.

30 Das erhaltene Produkt hat folgende Analysenwerte:

Analyse	berechnet für: C <sub>15</sub> H <sub>17</sub> N <sub>3</sub> O <sub>7</sub>	gefunden:
C%	51,28	51,34
H%	4,88	4,95
N%	11,96	11,86
O%	31,83	31,84

26.01.83

- 27 -

- 44.

1

Zweit Stufe

5. Herstellung von 1-[(3'-Nitro-4'-amino)-phenoxy]-3-amino-2-propanol

50,9 g (0,145 Mol) des Succinimido-Derivats, erhalten nach der ersten Stufe, gibt man in 100 ml Alkohol von 96 °, der mit 250 ml Chlorwasserstoffsäure ( $d=1,18$ ) versetzt ist. Nachdem man 14 Stundem am Rückflus erhitzt hat, wird die Reaktionsmischung abgekühlt und mit Aceton versetzt. Das gewünschte Produkt fällt in Form des Hydrochlorids aus. Dieses Hydrochlorid wird in 70 ml Wasser aufgenommen. Durch alkalisch machen mit Hilfe einer 10 N Natronlaugelösung fällt man das 1-[(3'-Nitro-4'-amino)phenoxy]-3-amino-2-propanol in Form eines Öles aus, welches rasch kristallisiert. Nach Umkristallisation aus Alkohol schmilzt das Produkt bei 124 °C.

Das Produkt hat folgende Analyse:

25

Analyse	berechnet für: C <sub>9</sub> H <sub>13</sub> N <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	gefunden:
C%	47,57	47,54
H%	5,77	5,73
N%	18,49	18,36
O%	28,17	28,18

35

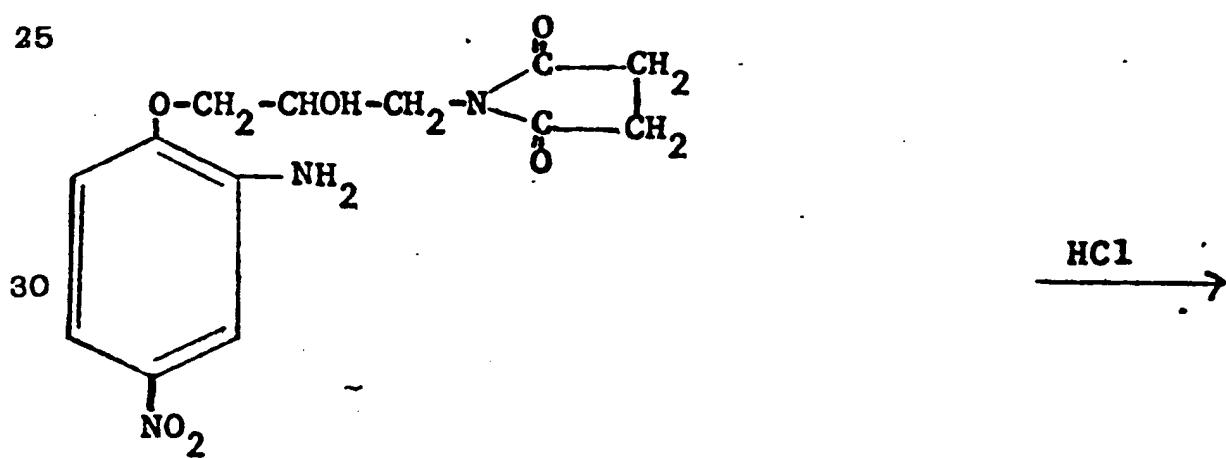
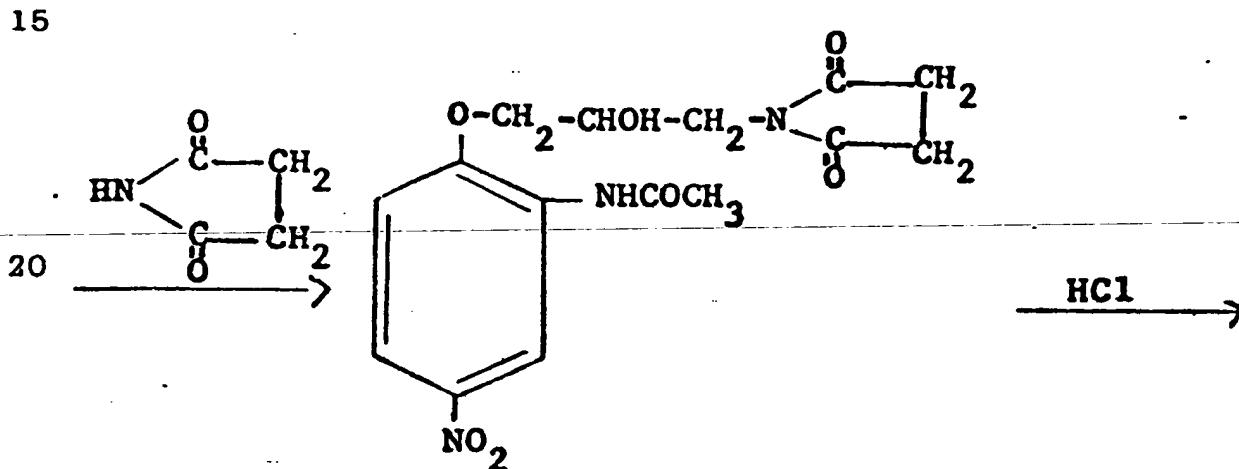
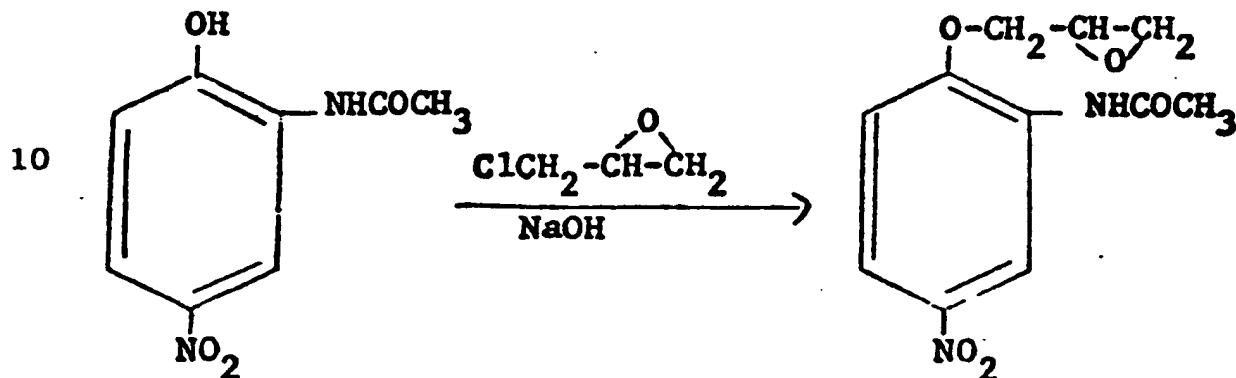
26.01.68

- 28 -  
- 45 -

1

Beispiel 4

5 Herstellung von 1-[ (2'-Amino-4'-nitro)phenoxy] -3-  
amino-2-propanol

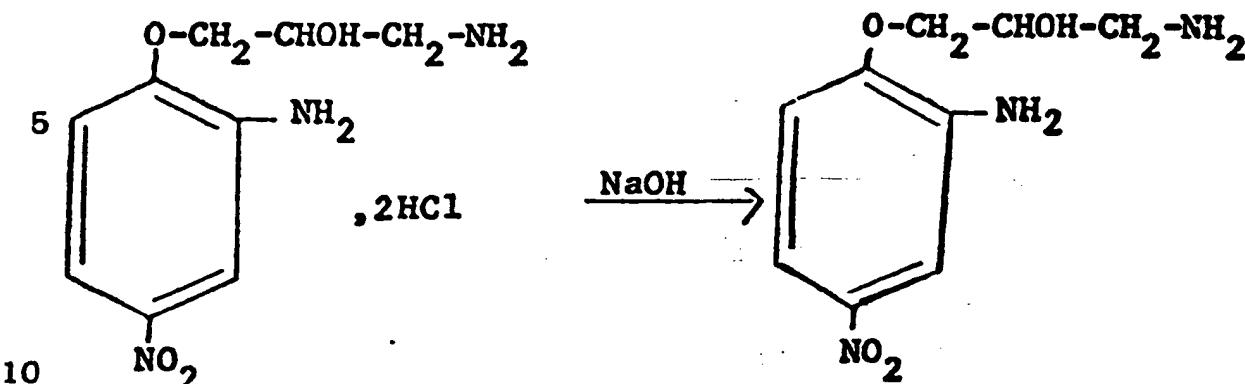


26.01.83

- 29 -

• 4.

1



### Erste Stufe

15 Herstellung von 1-[(2'-Acetylarnino-4'-nitro)phenoxy]-  
2,3-epoxy-propan

Zu einer Lösung von 392 g (2 Mol) 2-Acetylarnino-4-nitro-phenol in 2 Litern einer 1,1 N Natronlauge-lösung gibt man 1,6 l Epichlorhydrin und lässt

20 die Reaktionsmischung 96 Stunden lang unter kräftigem Rühren stehen. Man saugt ab und wäscht mit Wasser 282 g des gewünschten Produkts, welches ausgefallen ist. Dieses Produkt enthält 20 % eines Nebenprodukts, nämlich 1,3-bis-[(2'-Acetylarnino-4'-nitro)phenoxy]-2-propanol (Schmelzpunkt bei 233 °C), welches aus einer bis-Kondensation eines Moles Epichlorhydrin mit zwei Molen 2-Acetylarnino-4-nitro-phenol resultiert. Trotzdem wird es unverändert in der zweiten Stufe benutzt, wo das Nebenprodukt leicht entfernt werden kann.

30

### Zweite Stufe

Herstellung von 1-[(2'-Acetylarnino-4'-nitro)phenoxy]-3-succinimido-2-propanol.

35

100 g des nach der vorstehenden Stufe erhaltenen Produkts gibt man in 500 ml Äthanol von 95 °C.

26.01.63

- 30 -

- 42.

1

Man gibt 51,5 g (0,52 Mol) Succinimid und 2,5 ml Pyridin zu und erhitzt die Mischung zum Rückfluß,  
5 wobei man während 2 Stunden röhrt. Die alkoholische Lösung wird siedend filtriert, um das erwartete, in der Hitze in Alkohol unlösliche Produkt abzutrennen. Man erhält 60 g 1-[(2'-Acetamino-4'-nitro)-  
10 phenoxy]-3-succinimido-2-propanol in praktisch reinen Zustand. Dieses Produkt schmilzt nach Umkristallisation in Alkohol bei 184 °C.

Das Produkt hat folgende Analysenwerte:

15

Analyse	berechnet für: $C_{15} H_{17} N_3 O_7$	gefunden:
C%	51,28	51,15
H%	4,84	4,87
N%	11,96	11,86
O%	31,91	32,15

25

Die Mutterlaugen des Reaktionsmediums enthalten ein wenig Succinimido-Derivat und 1,3-[(2'-Acetamino-4'-nitro)-phenoxy]-2-propanol.

30

35

26.01.63

- 24 -

- 48 -

1

Dritte Stufe

5

Herstellung von 1-[(2'-Amino-4'-nitro)phenoxy]-3-succinimido-2-propanol

10 2 g (0,0057 Mol) 1-[(2'-Acetylamino-4'-nitro)phenoxy]-3-succinimido-2-propanol, erhalten in der zweiten Stufe, werden unter Rühren eine Stunde lang im siedenden Wasserbad in 10 ml Chlorwasserstoffsäure ( $d = 1,18$ ) erhitzt. Nach dem Abkühlen, Verdünnen und alkalisch machen der Reaktionsmischung fällt das gewünschte Produkt aus. Man saugt es ab, wäscht es mit Wasser und kristallisiert aus Äthanol um. Es schmilzt bei 200 °C.

15

Das gewünschte Produkt hat folgende Analysenwerte:

20

25

Analyse	berechnet für: C <sub>13</sub> H <sub>15</sub> N <sub>3</sub> O <sub>6</sub>	gefunden
C%	50,48	50,47
H%	4,85	4,87
N%	13,59	13,58
O%	31,07	30,94

30

Vierte Stufe

Herstellung von 1-[(2'-Amino-4'-nitro)phenoxy]-3-Amino-2-propanol

35

7,9 g (0,0256 Mol) des in der vorhergehenden Stufe hergestellten Succinimidoderivats werden 8 Stunden

26-01-83

- 32 -

- 49 -

1

unter Röhren in 40 ml Chlorwasserstoffsäure ( $d = 1,18$ ) am Rückfluß erhitzt. Nach dem Abkühlen des Reaktionsmediums saugt man das gewünschte Produkt ab, welches in Form des Dihydrochlorids auskristallisiert ist. Man löst dieses Dihydrochlorid in 175 ml Wasser und mit Hilfe einer Natronlaugelösung stellt man den pH auf 9 ein. Man saugt das gewünschte Produkt ab, welches ausgefallen ist. Nach Waschen mit Wasser und Umkristallisation aus Alkohol schmilzt das Produkt bei 159 °C.

Das erhaltene Produkt hat folgende Analysenwerte:

15

Analyse	berechnet für: $C_9 H_{13} N_3 O_4$	gefunden
C%	47,58	47,57
H%	5,73	5,75
N%	18,50	18,56
O%	28,19	28,16

30

35

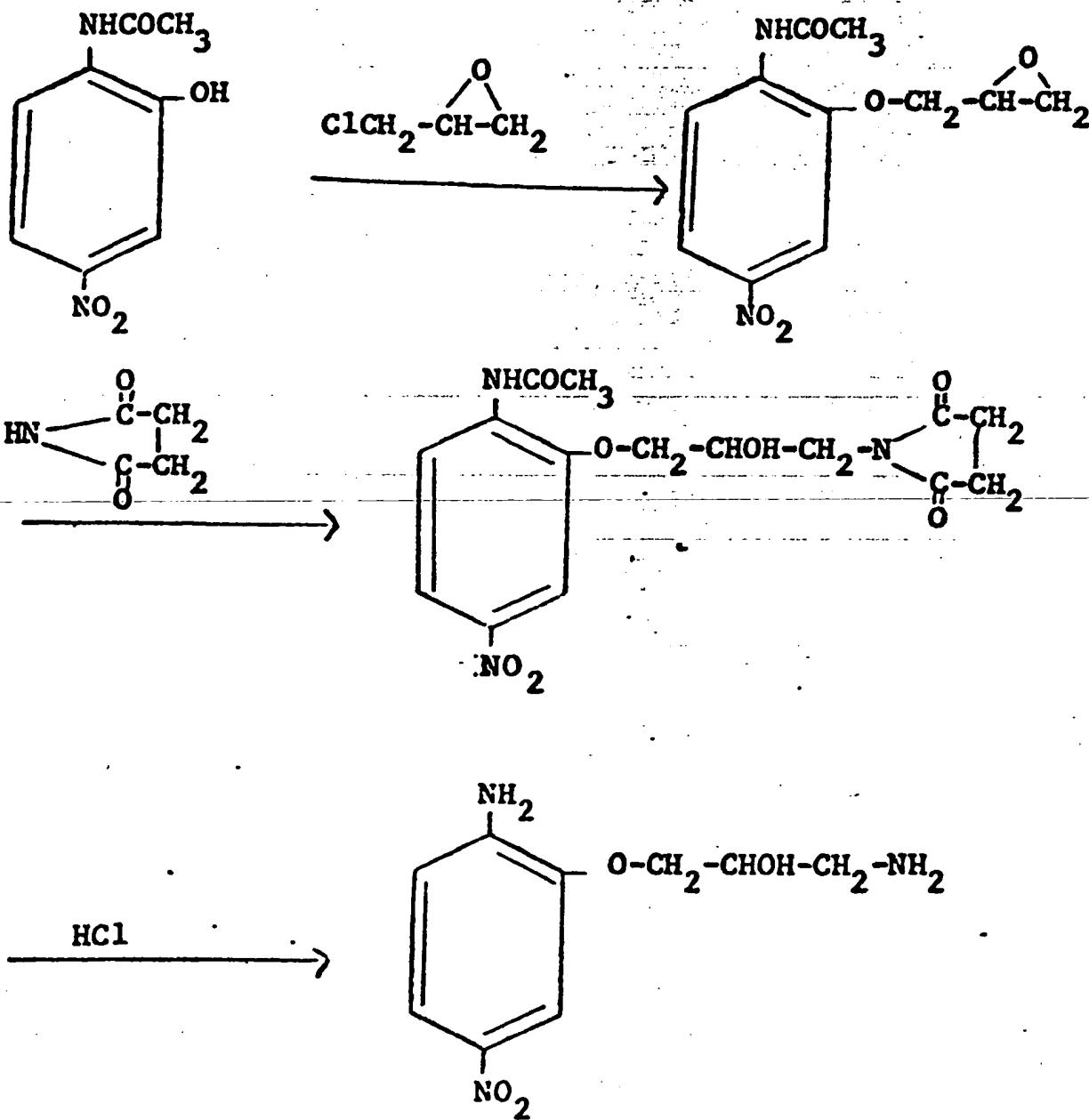
26.01.63

1

- 50 -

Beispiel 5

5 Herstellung von 1-[(2'-Amino-5'-nitro)phenoxy]-3-amino-2-propanol



26.01.83

- 34 -

1

- 51 -

Erste Stufe

5 Herstellung von 1-[(2'-Acetalamino-5'-nitro)phenoxy]-2,3-epoxy-propan

Man löst 73,7 g (0,376 Mol) 2-Acetalamino-5-nitro-phenol in 375 ml einer 1,1 N Natronlaugelösung und gibt dann 10 300 ml Epichlorhydrin zu. Man lässt die Reaktionsmischung 96 Stunden bei 20 °C unter kräftigem Rühren stehen, dann saugt man ab und wäscht das erwartete Produkt, welches ausgefallen ist. Nach Umkristallisation aus Äthanol und Trocknen im Vakuum schmilzt es bei 164 °C.

15

Das erhaltene Produkt hat folgende Analysenwerte:

Analyse	berechnet für: C <sub>11</sub> H <sub>12</sub> N <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	gefunden:
C%	52,38	52,29
H%	4,80	4,83
N%	11,11	11,20
O%	31,72	31,86

25

Zweite Stufe

Herstellung von 1-[(2'-Acetalamino-5'-nitro)phenoxy]-3-succinimido-2-propanol

30

Man gibt 0,072 Mol (18,2 g) 1-[(2'-Acetalamino-5'-nitro)phenoxy]-2,3-epoxy-propan in 60 ml absolutes Äthanol, das mit 6 Tropfen Pyridin versetzt ist. Man gibt 0,087 Mol (8,6 g) Succinimid zu und erhitzt dann die 35 Mischung 5 Stunden am Rückfluß. Nach dem Abkühlen gibt man 150 ml Wasser zu und entfernt den Alkohol im Vakuum. Das gewünschte Produkt, welches zuerst

26.01.83

- 95 -

- 52 -

1

als ein in Wasser unlösliches Öl vorlag, kristallisiert  
 5 langsam aus. Man saugt es ab und kristallisiert es  
 bei 96 ° aus Alkohol um. Nach dem Trocknen schmilzt es  
 bei 157 °C.

Das gewünschte Produkt entspricht den folgenden  
 10 Analysenwerten:

	Analyse	berechnet für: $C_{15}H_{17}N_3O_7$	gefunden:
		C%	H%
15	C%	51,28	51,30
	H%	4,88	4,94
	N%	11,96	11,89
	O%	31,88	32,07

20

### Dritte Stufe

Herstellung von 1-[(2'-Amino-5'-nitro)phenoxy]-3-amino-  
 2-propanol

25

7,0 g (0,02 Mol) des Succinimidoderivats, erhalten  
 in der zweiten Stufe, wird 14 Stunden  
 in 14 ml Alkohol von 96° der mit 38 ml Chlorwasserstoff-  
 säure versetzt ist ( $d = 1,18$ ), am Rückfluß erhitzt.

30 Anschließend wird die Reaktionsmischung abgekühlt  
 und mit Aceton versetzt, wobei das gewünschte Produkt  
 in Form des Hydrochlorids ausfällt. Man saugt dieses  
 Hydrochlorid ab und löst es dann in 12 ml Wasser.  
 Durch alkalisch-machen mit Hilfe einer 10 N Natronlauge-  
 35 lösung fällt man 1-[(2'-Amino-5'-nitro)phenoxy]-3-amino-  
 2-propanol in Form eines Öles aus, welches rasch

26.01.63

- 53 -

- 26 -

1 kristallisiert. Das Produkt wird abgesaugt, Mit Wasser gewaschen und aus Äthanol umkristallisiert. Es schmilzt bei 141 °C.

5 Das erhaltene Produkt hat folgende Analysenwerte:

Analyse	berechnet für: C <sub>9</sub> H <sub>13</sub> N <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	gefunden
C%	47,57	47,58
H%	5,77	5,76
N%	18,49	18,62
O%	28,17	28,28

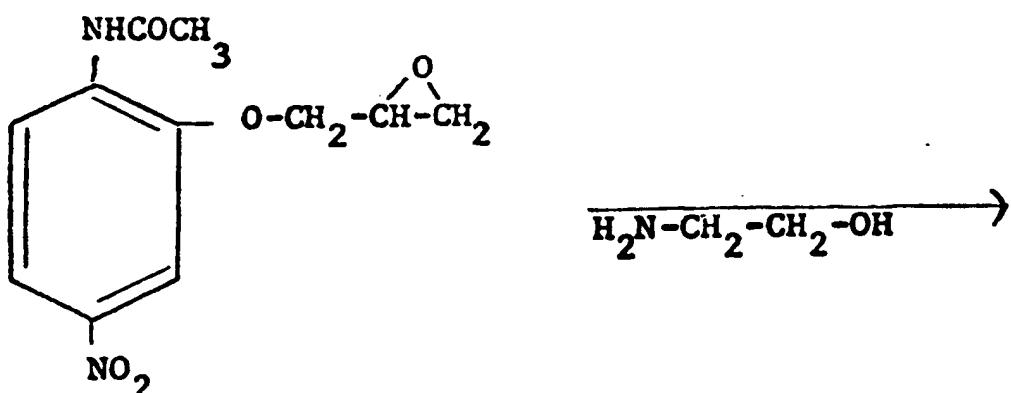
15

### Beispiel 6

Herstellung von 1-[(2'-Amino-5'-nitro)phenoxy] 3-N-β-  
20 hydroxyäthylamino-2-propanol

25

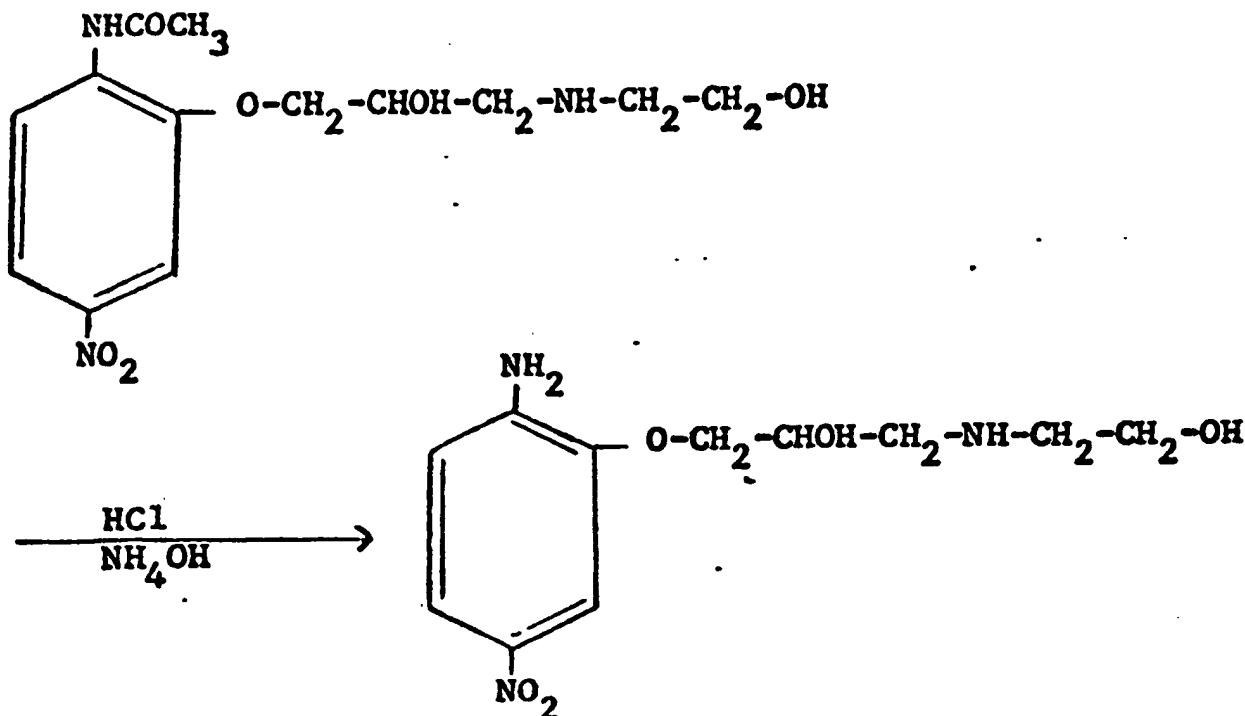
30



26.01.83

- 27 -

- 54 -



### Erste Stufe

20

Herstellung von 1-[(2'-Acetylaminophenoxy)-3-N-β-hydroxyethylamino-2-propanol]

10,1 g (0,04 Mol) 1-[(2'-Acetylaminophenoxy)-

25 2,3-epoxy-propan, hergestellt nach der ersten Stufe von Beispiel 5, werden durch Erhitzen im siedenden Wasserbad in 36,6 g Monoäthanolamin und 10 ml absolutem Alkohol gelöst. Nachdem man 1 Stunde..30 Minuten im siedenden Wasserbad erhitzt hat, wird die Reaktionsmischung in

30 300 g Eiswasser gegossen. Das gewünschte Produkt, welches teilweise entacetyliert ist, fällt aus.

Es wird abgesaugt, mit Wasser gewaschen und im Vakuum getrocknet. Es wird so wie es ist für die zweite Stufe der Synthese verwendet.

35

26.01.83

- 38 -

1

- 55 -

Zweite Stufe

5 Herstellung von 1-[(2'-Amino-5'-nitro)phenoxy]-3-N-β-hydroxyäthylamino-3-propanol.

8,7 g des in der ersten Stufe erhaltenen Rohprodukts werden 30 Minuten im siedenden Wasserbad in 22 ml Chlor-  
10 wasserstoffsäure ( $d = 1,18$ ) erhitzt. Die abgekühlte Reaktionsmischung wird bis zu einem pH 6 mit Ammoniak vermischt. Das gewünschte Produkt wird in Form des Monohydrochlorids ausgefällt. Dieses Monohydrochlorid wird abgesaugt, aus einer Äthanol/Wasser-Mischung  
15 umkristallisiert und im Vakuum getrocknet. Es schmilzt bei 156 °C.

Das Monohydrochlorid wird in 20 ml Wasser gelöst.

Man macht mit 20 %igem Ammoniak basisch.

20 Es fällt das 1-[(2'-Amino-5'-nitro)phenoxy]-3-N-β-hydroxy-äthylamino-2-propanol aus. Das Produkt wird abgesaugt, mit Wasser gewaschen und im Vakuum getrocknet. Es schmilzt bei 177 °C.

25 Das erhaltene Produkt hat folgende Analysenwerte:

Analyse	berechnet für: C <sub>11</sub> H <sub>17</sub> N <sub>3</sub> O <sub>5</sub>	gefunden
C%	48,70	48,65
H%	6,32	6,25
N%	15,49	15,44
O%	29,49	29,33

35

26.01.83

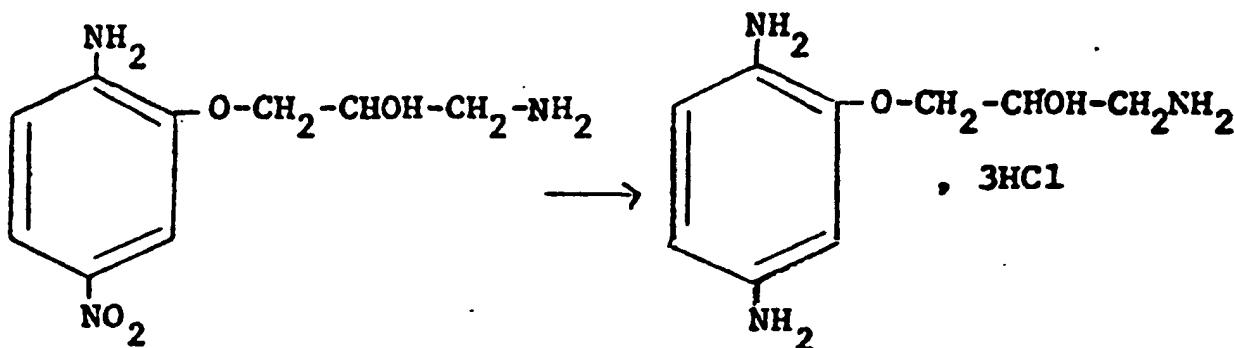
- 39 -  
- 56 .

1

Beispiel 7

5

Herstellung des 1-[(2',5'-Diamino)phenoxy]-3-amino-2-propanol-trihydrochlorids



Zu 15 ml Alkohol von 96 ° gibt man 7,5 g Zinkpulver und 0,3 g Ammoniumchlorid in Lösung in 1,5 ml Wasser.

20 Man erhitzt die Mischung unter Rühren zum Rückfluß, und gibt dann nach und nach, um die Rückflußtemperatur ohne weiteres Erhitzen von außen aufrecht zu erhalten, 0,015 Mol (3,4 g) 1-[(2'-Amino-5'-nitro)phenoxy]-3-amino-2-propanol, hergestellt nach Beispiel 5, zu.

25 Nach beendeter Zugabe hält man die Rückflußtemperatur weitere 5 Min aufrecht, filtriert dann das siedende Reaktionsmilieu auf 4,6 ml geeiste Chlorwasserstoff-säure ( $c = 1,18$ ). Das gewünschte Produkt kristallisiert in Form des Trihydrochlorids aus. Das Produkt wird abgesaugt, mit Alkohol gewaschen und im Vakuum getrocknet.

30 Es schmilzt unter Zersetzung bei 216-218 °C.

Das erhaltene Produkt hat folgende Analysenwerte:

26.01.63

-57-

- 40 -

1

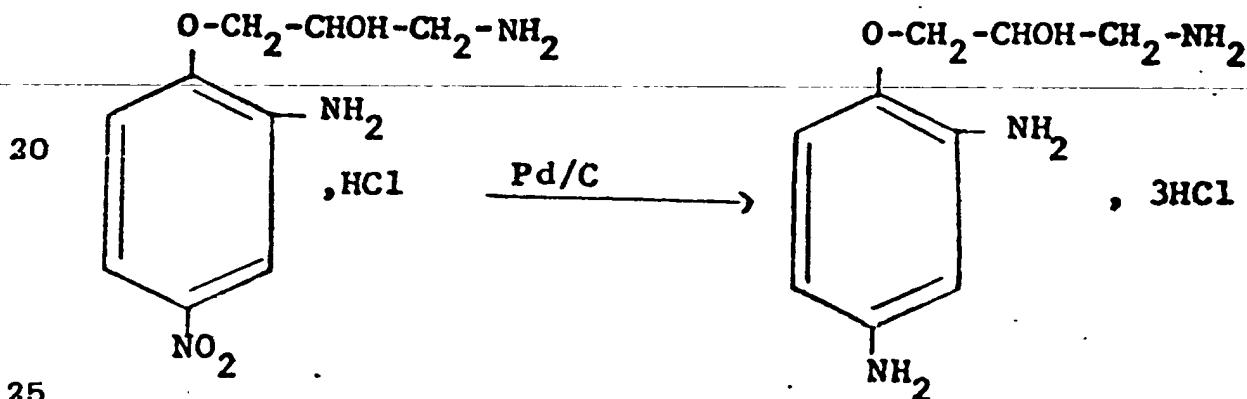
5

10

	Analyse	berechnet für: C <sub>9</sub> H <sub>15</sub> N <sub>3</sub> O <sub>2</sub> , 3HCl	gefunden
	C%	35,25	34,97
	H%	5,92	5,86
	N%	13,70	13,82
	O%	10,43	10,68
	Cl%	34,69	34,52

Beispiel 8

Herstellung des 1-[(2',4'-Diamino)phenoxy]-3-amino-  
15 2-propanol-trihydrochlorids



25

Man gibt 0,02 Mol (5,3 g) 1-[(2'-Amino-4'-nitro)phenoxy]-3-amino-2-propanol-monohydrochlorid, hergestellt nach Beispiel 4, zu 50 ml Alkohol (96 %-ig) und 0,2 g 10 % Palladium/Aktivkohle. Man bringt die Mischung eine Stunde lang unter 35 bar Wasserstoff auf 85 °C. Nach dem Abkühlen filtriert man, um den Katalysator zu entfernen, wobei man das Filtrat in 20 ml eiskaltes, HCl-gesättigtes Äthanol einleitet. Das gewünschte Produkt fällt in Form des Trihydrochlorids aus. Nach 35 Umkristallisation dieses Trihydrochlorids aus einer Mischung Äthanol/Wasser schmilzt es unter Zersetzung

O.

26.01.63

- 41 -  
- 58 -

1

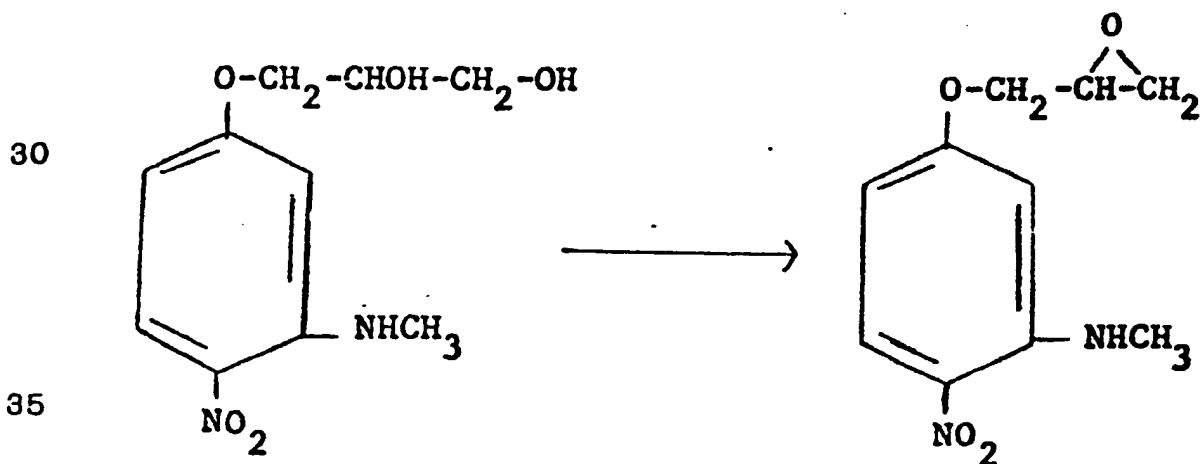
Das erhaltene Produkt hat folgende Analysenergebnisse:

5	Analyse	berechnet für: $C_9 H_{15} N_3 O_2 \cdot 3HCl$	gefunden:
10	C%	35,23	35,41
	H%	5,87	5,90
10	N%	13,70	13,63
	O%	10,44	10,63
	Cl%	34,75	34,85

Man hat festgestellt, daß diese Verbindung, welche  
 15 als Kuppler wirkt, überraschenderweise durch Kuppeln  
 mit p-Aminophenol viel rötere Färbungen als sein Homo-  
 loges ergibt, welches keine OH-Gruppen an der Seiten-  
 kette hat; man hat auch festgestellt, daß die roten  
 Färbungen überraschenderweise viel stabiler sind  
 20 als mit dem nicht-hydroxylierten Homologen.

Beispiel 9

25 Herstellung des 1-[(3'Methylamino-4'-nitro)phenoxy]-  
 3-amino-2-propanol-hydrochlorids

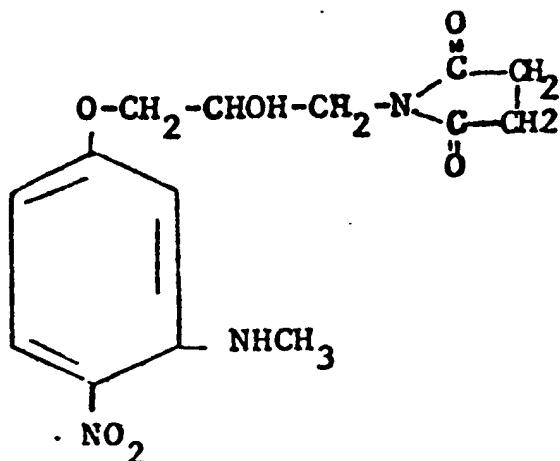


26.01.83

- 42 -  
- 59.

1

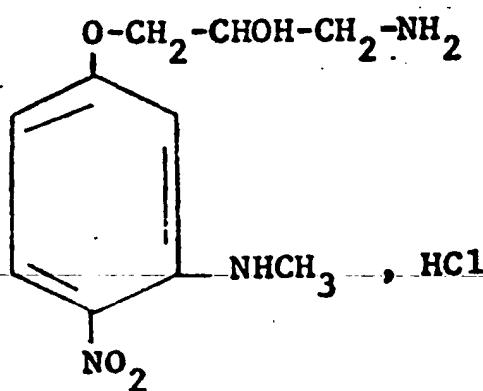
5



10

15

20



### Erste Stufe

25

Herstellung von 1-[(3'-Methylamino-4'-nitro)phenoxy]-  
2,3-epoxy-propan

30

Man löst bei Umgebungstemperatur 0,15 Mol (36,3 g)  
(3-N-Methylamino-4-nitro)-phenyl- $\beta,\gamma$ -dihydroxypropyl  
äther (hergestellt wie in der französischen Patent-

schrift 80-17 617 beschrieben) in 150 ml Pyridin.

35

Zu dieser Lösung, welche man bei  $-5^{\circ}\text{C}$  hält, gibt  
man tropfenweise unter Rühren während 10 Minuten  
0,22 Mol (25,2 g) Methanosulfochlorid zu. Nach  
beendeter Zugabe lässt man die Reaktionstemperatur

26.01.80

- 43 -

• 60 •

1 wieder auf etwa 20 °C steigen dann, nachdem man die Reaktionsmischung etwa 45 Minuten bei Umgebungstemperatur 5 hat stehenlassen, fügt man bei -5 °C während 20 Minuten 100 ml einer methanolischen Lösung von Natriummethylat zu. Nach beendeter Zugabe röhrt man 2 Stunden bei Umgebungstemperatur und wäscht dann das Methylenchlorid mit Wasser, zuerst mit einer 1 N Chlorwasserstoffsäure-10 lösung und dann mit einer gesättigten Natriumbicarbonatlösung. Man entfernt das Methylenchlorid im Vakuum. Das gewünschte Produkt, welches aus dem Rückstandsöl besteht, kristallisiert sehr schnell. Nach Umkristallisation aus Äthylacetat und Trocknen im Vakuum schmilzt 15 es bei 113 °C.

Das erhaltene Produkt hat folgende Analysenwerte:

	Analyse	berechnet für: C <sub>10</sub> H <sub>12</sub> N <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	gefunden:
20	C%	53,57	53,66
	H%	5,39	5,35
25	N%	12,50	12,48
	O%	28,54	28,58

### Zweite Stufe

30

Herstellung des 1-[(3'-Methylamino-4'-nitro)phenoxy]-3-succinimido-2-propanol

35 Man löst 0,098 Mol (19,5 g) 1-[(3'-Methylamino-4'-nitro)-phenoxy]-2,3-epoxy-propan in 75 ml absolutem Alkohol, dem 6 Tropfen Pyridin zugesetzt sind.

26.01.83

- 44 -

1

- 64 -

Man gibt 0,10 Mol (10,1 g) Succinimid zu, bringt dann  
 5 die Reaktionsmischung 4 Stunden zum Rückfluß. Man  
 filtriert die Reaktionsmischung siedend. Beim Ab-  
 kühlen des Filtrats fällt das gewünschte Produkt aus.  
 Nach Umkristallisation aus Alkohol und Trocknen im  
 Vakuum schmilzt es bei 152 °C.

10

Das erhaltene Produkt hat folgende Analysenwerte:

15	Analyse	berechnet für: $C_{14} H_{17} N_3 O_6$	gefunden:
	C%	52,01	51,97
	H%	5,30	5,36
	N%	13,00	12,98
20	O%	29,69	29,50

### Dritte Stufe

25 Herstellung des 1-[(3'-Methylamino-4'-nitro)phenoxy]-  
 3-amino-2-propanol-monohydrochlorids

10,5 g (0,0324 Mol) des nach der zweiten Stufe er-  
 haltenen Succinimidoderivats werden 7 Stunden am  
 30 Rückfluß in 20 ml Alkohol von 96 ° und 60 ml Chlor-  
 wasserstoffsäure von 36 % erhitzt. Man kühlt das  
 Reaktionsmedium auf 0 °C ab. Das erwartete Produkt  
 kristallisiert aus. Es wird abgesaugt, mit Aceton  
 gewaschen, aus einer wäßrigalkoholischen Mischung  
 35 umkristallisiert. Nach dem Trocknen im Vakuum schmilzt  
 es unter Zersetzung zwischen 258 und 260 °C.

26.01.83

- 45 -

1

- 62.

Das Produkt hat folgende Analysenwerte:

5

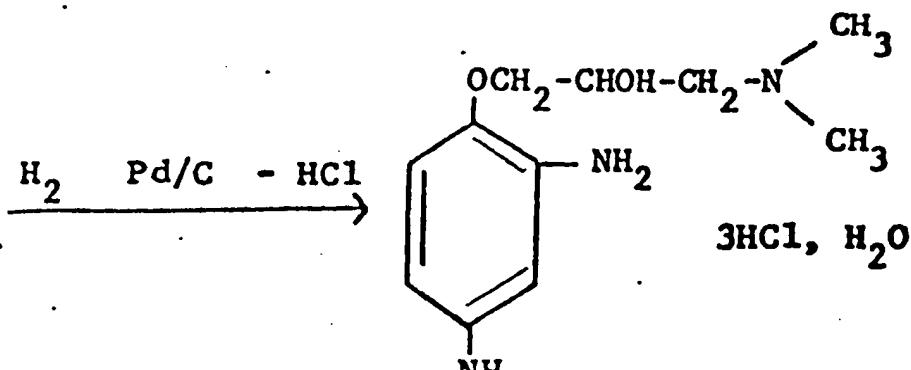
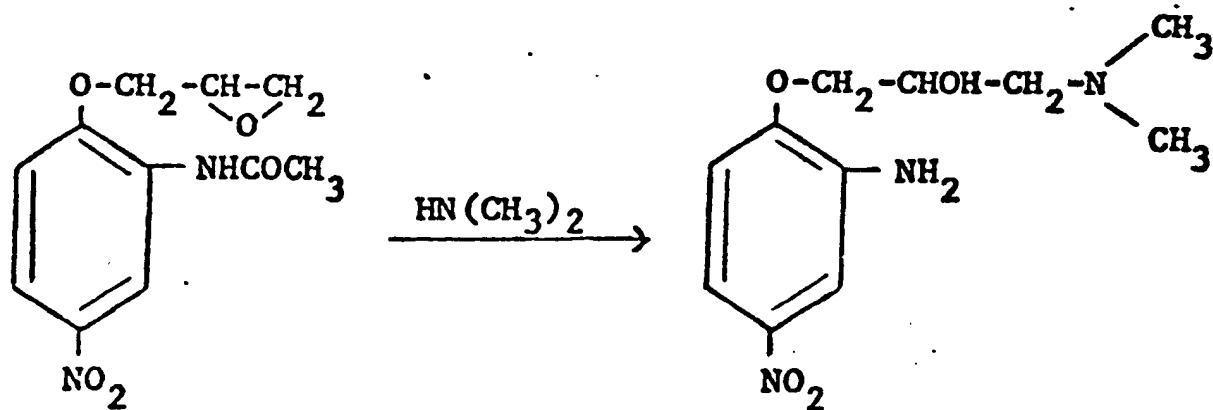
10

Analyse	berechnet für: $C_{10}H_{15}N_3O_4 \cdot HCl$	gefunden:
C%	43,25	43,21
H%	5,81	5,78
N%	15,13	15,11
O%	23,04	23,10
Cl%	12,77	12,70

15

Beispiel 10

Herstellung des Trihydrochlorid-monohydrats von  
1-[(2',4'-Diamino)-phenoxy]-3-dimethylamino-2-propanol



26.01.

- 46 -

- 63 -

1

Erste Stufe

5 Herstellung von 1-[(2'-Amino-4'-nitro)phenoxy]-  
3-dimethylamino-2-propanol

Man gibt 21,5 g (0,085 Mol) 1-[(2'-Acetylamino-4'-nitro)-  
phenoxy]-2,3-epoxypropan (wie in Beispiel 4 beschrieben)

10 in 100 ml einer 40 %-igen wäßrigen Lösung von Dimethyl-  
amin und röhrt die Reaktionsmischung 30 Min. bei  
Umgebungstemperatur. Nach Verdünnen durch Zugabe von  
225 ml Eiswasser und anschließende Neutralisation mit  
Essigsäure dampft man trocken im Vakuum ein. Der

15 trockene Rückstand wird dann in 150 ml Äthylacetat auf-  
genommen. Der unlösliche Teil des Äthylacetats besteht  
nach Waschen mit Aceton aus 28,5 g 1-[(2'-Acetylamino-  
4'-nitro)phenoxy]-3-dimethylamino-2-propanol. Dieses  
acetylierte Derivat wird in 200 ml Äthanol, gesättigt

20 mit Chlorwasserstoffgas, zum Rückfluß erhitzt.  
Nach dem Abkühlen der Reaktionsmischung saugt man  
das gewünschte Produkt in Form des Hydrochlorids ab.  
Nach Auflösen des Hydrochlorids in Wasser und alkalisch  
machen der wäßrigen Lösung mit Hilfe einer Natronlauge-  
25 lösung, fällt man 1-[(2'-Amino-4'-nitro)phenoxy]-  
3-dimethylamino-2-propanol in kristalliner Form aus.

Man saugt das Produkt ab, wäscht mit Wasser und trocknet  
im Vakuum. Es schmilzt bei 123 °C.

30 Das Produkt hat folgende Analysenwerte:

Analyse	berechnet	C <sub>11</sub> H <sub>17</sub> N <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	gefunden:
C %	51,76	51,65	
H %	6,67	6,72	
N %	16,47	16,40	

35

26.01.63

- 47 -

-64-

1

Zweite Stufe

5 Herstellung des Trihydrochloridmonohydrats von  
1-[(2',4'-Diamino)phenoxy]-3-dimethylamino-2-propanol

Man reduziert katalytisch bei 80 °C und unter einem Druck von 40 bar Wasserstoff, 0,12 Mol (30,6 g)

10 1-[(2'-Amino-4'-nitro)phenoxy]3-dimethylamino-2-propanol in Lösung in 92 ml absoluten Alkohol und in Gegenwart von 4,5 g 1= % Palladium auf Aktivkohle. Man entfernt die Katalysatoren durch Abfiltrieren, indem man das alkoholische Filtrat auf 143 ml eisigem Äthanol,  
15 gesättigt mit Chlorwasserstoffgas, aufnimmt.  
Das gewünschte Produkt fällt in Form des Trihydrochlorids aus. Man saugt dieses trihydrochlorid ab und kristallisiert es aus einer wäßrigalkoholischen Chlorwasserstoffsäurelösung um. Nach Trocknen im Vakuum  
20 schmilzt es unter Zersetzung zwischen 205 und 206 °C.

Die Elementaranalyse hat folgende Werte:

Analyse	berechnet: C <sub>11</sub> H <sub>19</sub> N <sub>3</sub> O <sub>2</sub> , 3HCl, H <sub>2</sub> O	gefunden
C %	37,44	37,31
H %	6,81	6,87
N %	11,91	11,79
O %	13,62	13,89
Cl %	30,21	30,07

26.01.83

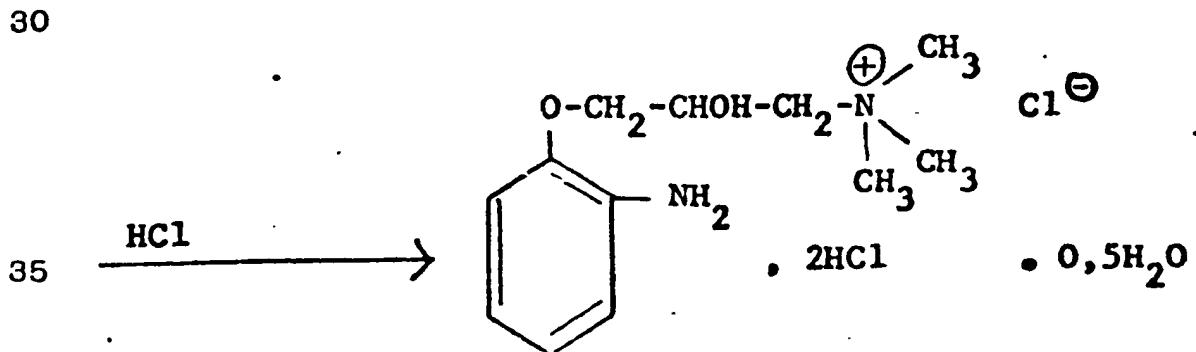
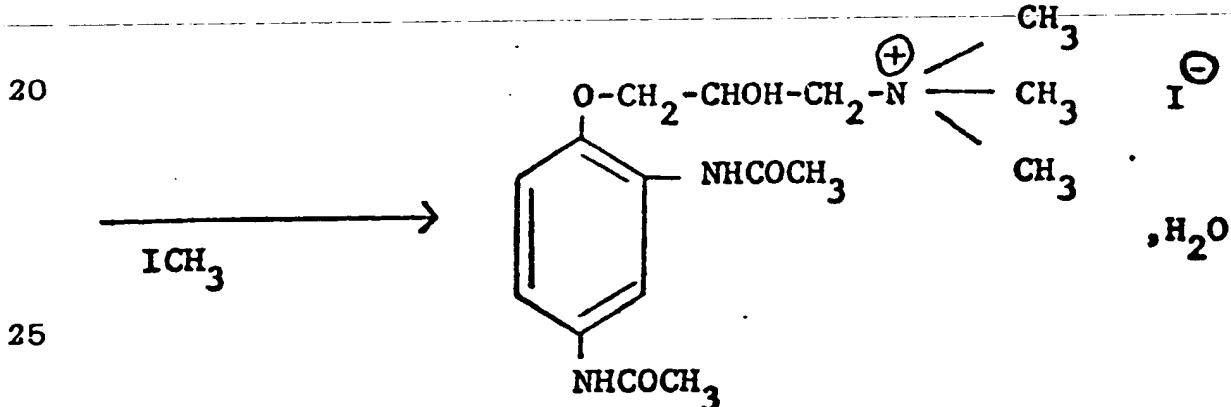
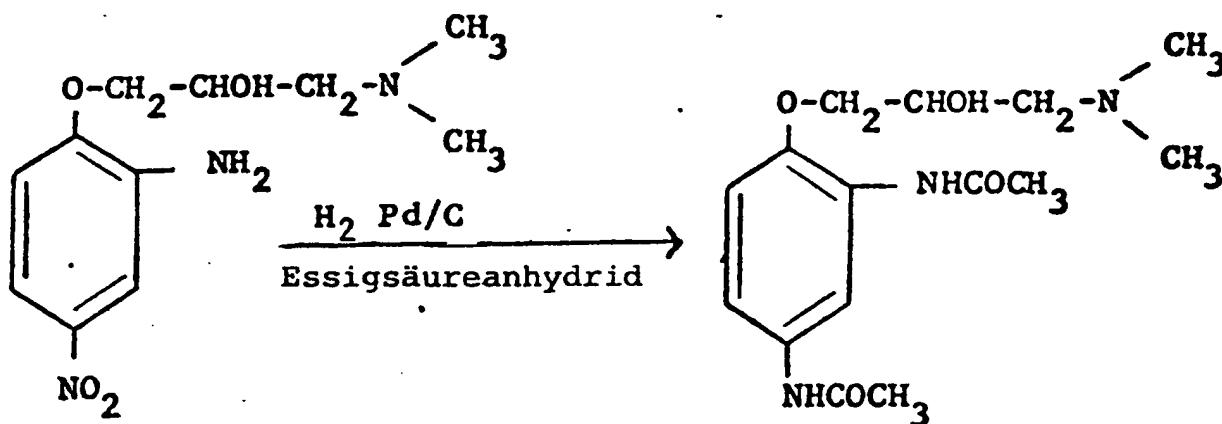
- 48 -

1

- 65 -

Beispiel 11

5 Herstellung des Dihydrochloridsemihydrats von  
 [2-Hydroxy-(2',4'-diamino)-3-phenoxy]-propyltrimethyl-  
 ammoniumchlorid



26.01.83

- 49 -

1

- 66 -

### Erste Stufe

5 Herstellung von 1-[(2',4'-Diacetylarnino)-phenoxy]-3-dimethylarnino-2-propanol.

Nach den in der zweiten Stufe des Beispiels 10 beschriebenen Bedingungen unterwirft man einer katalytischen Hydrierung, in Gegenwart von Palladium auf Aktivkohle, 0,1 Mol (25,5 g) 1-[(2'-Amino-4'-nitro)-3-dimethylarnino-2-propanol in alkoholischer Lösung. Man entfernt den Katalysator durch Filtrieren, entfernt das Lösungsmittel rasch im Vakuum und nimmt den ölichen Rückstand erneut in 200 ml Äthylacetat auf, das man nach und nach mit 17 ml Essigsäureanhydrid versetzt. Das erwartete diacetylierte Derivat fällt in kristalliner Form aus. Man saugt es ab, wäscht es mit Aceton und trocknet es im Vakuum. Es schmilzt bei 20 118 bis 120 °C.

### Zweite Stufe

Herstellung des [2-Hydroxy-(2',4'-diacetylarnino)-3-phenoxy]-propyltrimethylammonium-jodid-monohydrats

Man löst 0,03 Mol (9,5 g) des diacetylierten Derivats das man im Verlauf der ersten Stufe erhalten hat, in 30 ml Aceton, das mit 3 ml Wasser versetzt ist.

30 Man erhitzt die Lösung auf 50 °C und versetzt sie dann unter Rühren, mit 0,06 Mol (3,75 ml) Methyljodid. Man hält das Reaktionsmedium 30 Minuten bei 50 °C. Das gewünschte quaternäre Derivat fällt aus. Man saugt es ab, wäscht es mit Aceton und trocknet es. Es schmilzt unter Zersetzung zwischen 159 und 160 °C.

26.01.80

- 50 -

- 62 -

1

Die Elementaranalyse hat folgende Werte:

Analyse	berechnet	$C_{16}H_{26}O_4N_3I, H_2O$	gefunden:
C %		40,94	40,87
H %		5,97	6,02
N %		8,95	8,87
O %		17,06	17,21
I %		27,08	27,02

15

Dritte Stufe

Herstellung des [2-Hydroxy-(2',4'-diamino)-3-phenoxy] -  
 propyltrimethylammonium-chloridsemihydrat-dihydro-

20 chlorids

Man erhitzt zum Rückfluß während drei Stunden 6,2 g  
 (0,0137 Mol) des quaternären Salzes, das in der  
 zweiten Stufe erhalten wurde, in 30 ml Äthanol das  
 25 mit Chlorwasserstoffgas gesättigt ist.

Das gewünschte Produkt fällt aus. Man saugt es ab, wäscht  
 mit absolutem Alkohol und trocknet es im Vakuum.  
 Es schmilzt unter Zersetzung zwischen 258 und 260 °C.

30 Die Analysenwerte sind wie folgt:

Analyse	berechnet	$C_{12}H_{22}N_3O_2Cl, 2HCl, 1/2H_2O$	gefunden
C %		40,28	40,51
H %		6,99	6,72
N %		11,75	11,77

26.03.83

- 51 -

- 68 -

1

Beispiel 12:

5 Man stellt folgendes Färbemittel her:

	1-[(3'-Nitro-4'-amino)phenoxy]-3-amino-2-propanol	0,2 g
	2-Butoxy-äthanol	10 g
	Hydroxyäthylcellulose	2 g
10	Ammoniumlaurylsulfat	5 g
	Wasser soviel wie erforderlich auf	100 g

Der pH des Mittels beträgt 8,4.

15 Trägt man diese Mischung 20 Minuten lang bei 30 °C auf entfärbtes Haar auf, so verleiht sie diesem nach Spülen und Shampooieren eine Färbung 7 YR 7/14 (bestimmt nach der Munsell-Skala).

---

20 Beispiel 13

Man stellt folgendes Färbemittel her:

	1-[(2'Amino-4'-nitro)phenoxy]-3-amino-2-propanol	0,8 g
25	2-Butoxyäthanol	10 g
	Acrylsäurepolymerisat mit einem Molekulargewicht von 2 bis 3 Millionen, unter der Bezeichnung Carbopol 934. von GOODRICH CHEMICAL Co. erhältlich	
30	Ammoniak mit 22 °Bé	2 g
	Wasser, soviel wie erforderlich auf	100 g

Der pH des Mittels beträgt 6,7.

35 Trägt man diese Mischung 35 Minuten bei 30 °C auf entfärbtes Haar auf, so verleiht sie diesem, nach Spülen und Shampooieren eine Färbung 3,75 Y 8,5/9,5

26.01.63

- 52 -

1

- 63 .

(bestimmt durch Ablesen auf der "Munsell"-Skala).

5.

Beispiel 14

Man stellt folgendes Färbemittel her:

10	1-[(3'-Nitro-4'-amino)phenoxy]-3-N,N-diäthyl-	
	amino-2-propanol-hydrochlorid	0,6 g
	Propylenglycol	10 g
	Kokosfettsäureendiäthanolamide	2,2 g
	Laurinsäure	0,8 g
15	Athylenglycolmonoäthyläther	2 g
	Monoäthanolamin	1 g
	mit Wasser auffüllen auf	100 g

Der pH des Mittels ist 7,8.

20

Trägt man diese Mischung bei 30 °C 25 Minuten lang auf entfärbtes Haar auf, so verleiht sie diesem nach Spülen und Shampooieren eine Färbung 7,5 YR 7/16 (nach der "Munsell"-Skala).

25

Beispiel 15

Man stellt folgendes Färbemittel her:

30

1	1-[(2'-Amino-5'-nitro)phenoxy]-3-amino-2-propanol	0,55 g
	Propylenglycol	10 g
	Laurinsäuremonoäthanolamid	1,5 g
	Laurinsäure	1 g
35	Hydroxyäthylcellulose	5 g
	Monoäthanolamin	2 g

- 55 -

1

- 10 -

Der pH des Mittels beträgt 10.

5 Trägt man diese Mischung bei 25 °C 25 Minuten lang auf entfärbte Haare auf, so verleiht sie diesen nach Spülen und Shampooieren eine Färbung 6,25 Y 8,5/12 (bestimmt nach der Munsell-Skala).

#### 10 Beispiel 16

Man stellt folgendes Färbemittel her:

1-	(3'-Nitro-4'-amino)phenoxy]-3-N-propylamino-	
15	2-propanol - monohydrochlorid	1 g
	2-Butoxyäthanol	10 g
	Cetylstearylalkohol, unter der Handelsbe-	
	zeichnung "Alfol C16/18" von "CONDEA"	8 g
	Cetylstearylnatriumsulfat, unter der	
20	Bezeichnung "CIRE DE LANETTE E" von HENKEL	0,5 g
	oxyäthyleniertes Ricinusöl, unter der	
	Bezeichnung "CEMULSOL B" von RHONE POULENC	1 g
	Ölsäurediäthanolamid	1,5 g
	Ammoniak (22 °Be)	0,25 g
25	Wasser, soviel wie nötig auf	100 g

Der pH des Mittels beträgt 8,7.

Trägt man diese Mischung 35 Minuten lang bei 28 °C auf

30 entfärbtes Haar auf, so verleiht sie diesem nach Spülen und Shampooieren eine Färbung 7 YR 7/16 (bestimmt nach "Munsell").

1

Beispiel 17

5

Man stellt folgendes Färbemittel her:

1	1-[(2'-Amino-5'-nitro)phenoxy]-3-N-β-hydroxy-	
	äthylamino-2-propanol	0,4 g
10	2-Butoxy-äthanol	10 g
	Cetylstearylalkohol unter der Bezeichnung	
	"ALFOL C16/18" von CONDEA vertrieben	8 g
	Natrium-cetylstearyl-sulfat, als "cire de	
	Lanette" von Henkel vertrieben	0,5 g
15	oxyäthyleniertes Ricinusöl, unter der Be-	
	zeichnung CEMULSOL B von RHONE POULENC	1 g
	Ölsäurediäthanolamid	1,5 g
	Triäthanolamin (mit 10 %)	0,4 g
	Wasser, soviel wie nötig auf	100 g

20

Der pH des Mittels ist 8,7.

Trägt man diese Mischung 30 Minuten lang bei 28 °C auf entfärbtes Haar auf, so verleiht sie diesem nach

25 Spülen und Shampooieren eine Färbung 7,5 Y 8,5/11 (bestimmt nach Munsell).

Beispiel 18

30 Man stellt folgendes Färbemittel her:

1	1-[(3'-Nitro-4'-amino)phenoxy]-3-N-propylamino-	
	2-propanol-hydrochlorid	0,15 g
	3-Nitro-4-N'-methylamino-N-β-aminoäthyl-	
35	anilin-dihydrochlorid	0,076 g
	2-Butoxy-äthanol	10 g

26.01.83

- 55 -

- 72 -

1

## Hydroxyäthylcellulose, als CELLOSIZE WPO3

von UNION CARBIDE vertrieben

2 g

5	Dimethyl,alkyl,hydroxyäthyl-ammonium-bromid (alkyl = Talgderivat)	2	g
	Ammoniak (mit 22 °Be)	0,25	g
	mit Wasser auffüllen auf	100	g

Ammoniak (mit 22%  $\text{O}_{\text{Ba}}$ ) 0,35 g

mit Wasser aufgefüllt und auf

mit Wasser aufzutrocknen und wieder einzufüllen.

10 Der pH des Mittels ist 8,5.

Trägt man diese Mischung 25 Min. bei 28 °C auf  
natürlich weiße Haare auf, so verleiht sie diesen nach  
Spülen und Shampooieren eine hell kastanienbraune

## 15 Färbung mit Kupferschimmer.

### Beispiel 19

20 Man stellt folgendes Färbemittel her:

1-[(3'-Nitro-4'-amino)phenoxy]-3-N,N-di-  
äthylamino-2-propanol-hydrochlorid 0,05 g

25 hydroxyäthyl-anilin -dihydrochlorid 0,07 g

3-Nitro-4-amino-6-methyl-N-β-hydroxy-  
äthyl-anilin 0,03 g

*2*-Butoxy-*alpha*-methylbenzylamine (10 g)

#### Nonylphenol, oxyathyliert mit 9 Mol

Acrylenoxyd, unter der Handelsbezeichnung

# CÉMULSOL NP<sub>9</sub> VON RHO E POULENC

Vieinaikeinen, oxyacetylenenheit mit 2 mol

Athyleneoxyd 1,5 g

## Oleinhalkohol, oxyathyleiert mit 4 Mol

Äthylenoxyd 1,5 g  
Fünfmal wiederholen (20-30)

Nonylphenol, oxyäthylenie

28.01.83

- 56 -

- 73 -

1

Der pH des Mittels ist 8,4.

5 Trägt man diese Mischung 20 Minuten lang bei 28 °C auf zu 90 % natürlich weißes Haar auf, so verleiht sie diesem nach Spülen und Shampionieren eine beige-rosa-farbene Färbung.

10

Beispiel 20

Man stellt folgendes Färbemittel her:

15	1-[(2'-Amino-4'-nitro)phenoxy]-3-amino- 2-propanol	0,2 g
	(3-Nitro-4-N-β-hydroxyäthylamino)phenyl- β-hydroxypropyl-äther	0,08 g
	3-Nitro-4-amino-N-β-hydroxypropylanilin	0,06 g
20	(4'-N,N-Dihydroxyäthylamino)-2-anilino-5 N'-β-hydroxyäthylamino-1,4-benzochinon	0,5 g
	2-Butoxy-äthanol	10 g
	Kokosfettsäurendiäthanolanide	2,2 g
	Laurinsäure	0,8 g
25	Athylenglycolmonoäthyläther	2 g
	Monoäthanolamin	1 g
	mit Wasser auffüllen auf	100 g

Der pH des Mittels ist 7.

30 Trägt man diese Mischung 20 Minuten lang bei 30 °C auf entfärbte Haare auf, so verleiht sie diesen nach Spülen und Shampionieren eine Kupferblondfärbung.

- 57 -  
- 74 -

1

Beispiel 21

5 Man stellt folgendes Färbemittel her:

10	1-[(3'-Nitro-4'-amino)phenoxy]-3-N-propyl-	
	amino-2-propanol-monohydrochlorid	0,065 g
	2-N-β-Hydroxyäthylamino-5-nitro-phenol	0,035 g
10	3-Nitro-4-N'-methylamino-N,N-di-β-	
	hydroxyäthyl-anilin	0,21 g
	3-Nitro-4-amino-6-methyl-N-β-dihydroxy-	
	propylanilin	0,05 g
	2-Butoxy-äthanol	10 g
15	Carboxymethylcellulose	2 g
	Ammoniumlaurylsulfat	5 g
	Triäthanolamin (20 %)	0,125 g
	mit Wasser auffüllen auf	100 g

20 Der pH des Mittels beträgt 7.

Trägt man diese Mischung 25 Minuten lang bei 30 °C auf entfärbtes Haar auf, so verleiht sie diesem nach Spülen und Shampooieren eine gold-sandfarbene

25 Tönung.

Beispiel 22

30 Man stellt folgendes Färbemittel her:

35	1-[(3'Nitro-4'-amino)phenoxy]-3-amino-	
	2-propanol	0,055 g
	1,4,5,8-Tetraamino-anthrachinon	0,105 g
	2-Amino-3-nitro-toluol	0,035 g

26.01.83

- 58 -

- 75 -

1

	3-Nitro-4-amino-6-methyl-N-β-aminoäthyl-anilin	0,03 g
5	Propylenglycol	10 g
	Cetylstearylalkohol, unter der Handelsbezeichnung ALFOL C16/18 von CONDEA	8 g
	Natriumcetylstearylsulfat, als CIRE DE LANETTE von HENKEL vertrieben	0,5 g
10	oxyäthyleniertes Ricinusöl, unter der Bezeichnung CEMULSOL B von RHONE-POULENC	1 g
	Ölsäurediäthanolamid	1,5 g
	Triäthanolamin (20 %)	2 g
	mit Wasser auffüllen auf	100 g

15

Der pH des Mittels ist 9.

Trägt man diese Mischung 40 Minuten bei 28 °C auf zu 90 % natürlich weiße Haare auf, so verleiht sie diesen 20 nach Spülen und Shampooieren eine Goldblondfärbung.

### Beispiel 23

25 Man stellt folgendes Färbemittel her:

	1-[(2'-Amino-5'-nitro)phenoxy]-3-amino-2-propanol	0,1 g
	(3-Nitro-4-N-β-aminoäthylamino)-phenoxy-	
30	äthanol	0,15 g
	3-Nitro-4-amino-6-methyl-N-β, $\gamma$ -dihydroxy-propyl-anilin	0,05 g
	3-Nitro-4-N'-methylamino-N,N-di-β-hydroxyäthylanilin	0,5 g
35	Propylenglycol	10 g

26.01.83

- 59 -

- 76 -

1

Hydroxyäthylcellulose, als CELLOSIZE WPO3

von Union Carbide vertrieben 2 g

Dimethyl,alkyl,hydroxyäthyl-ammonium-

5 bromid (Alkyl = Talgderivat) 2 g

Ammoniak bis pH 8

mit Wasser auffüllen auf 100 g

Trägt man diese Mischung 25 Minuten lang bei 28 °C  
10 auf strohgelb entfärbtes Haar auf, so verleiht sie  
diesem nach Spülen und Shampooieren eine braune,  
sehr kupferfarbene Tönung.

15 Beispiel 24

Man stellt folgendes Färbemittel her:

1-[(3'-Nitro-4'-amino)phenoxy]-3-amino-2-propanol 0,5 g

20 1-[(2'-Amino-5'-nitro)phenoxy]-3-amino-2-propanol 0,2 g

3-Nitro-4-amino-N-β-hydroxyäthyl-anilin 0,15 g

3-Nitro-2-N'-β-aminoäthylamino-N,N-di-β-

hydroxyäthyl-anilin-dihydrochlorid 0,2 g

Hydroxyäthylcellulose 2 g

25 Ammoniumlaurylsulfat 5 g

Ammoniak (mit 22 °Be) 0,25 g

mit Wasser auffüllen auf 100 g

Der pH des Mittels ist 9.

30

Trägt man diese Mischung 20 Minuten lang bei 28 °C  
auf entfärbte Haare auf, so verleiht sie diesen nach  
Spülen und Shampooieren eine kupferrote Färbung.

26.01.80

- 60 -

- 72 -

1

Beispiel 25

5 Man stellt folgende Färbelösung her:

10	1-[(2',4'-Diamino)phenoxy]-3-amino- 2-propanol-trihydrochlorid	0,11 g
	Resorcin	0,08 g
10	p-Phenyldiamin	0,3 g
	4-Amino-N,N-di-β-hydroxy-äthyl-anilin- dihydrochlorid	0,6 g
	3-Nitro-4-amino-N-β-hydroxypropyl-anilin	0,5 g
	3-N-Methylamino-4-nitro-phenoxy-äthanol	0,3 g
15	Cetylstearylalkohol, unter der Handels- bezeichnung ALFOL C16/18 von CONDEA	8 g
	Natriumcetylstearylsulfat CIRE DE LANETTE von HENKEL	0,5 g
20	oxyäthyleniertes Ricinusöl unter der Handelsbezeichnung CEMULSOL B von RHONE POULENC	1 g
	Ölsäurediäthanolamid	1,5 g
	Diäthylen-triamin-pentaessigsäure-penta-	
25	natriumsalz, MASQUOL DTPA	2,5 g
	Natriumbisulfit (35 °Be)	1 g
	Ammoniak (22 °Be)	11 g
	Wasser, soviel wie nötig auf	100 g
30	Der pH des Mittels ist 10,1.	

Zum Zeitpunkt der Anwendung gibt man 100 g Wasserstoff-peroxyd mit 6 % zu.

Trägt man diese Mischung 30 Minuten bei 30 °C auf

35 strohgelb entfärbte Haare auf, so verleiht sie diesen nach Spülen und Shampooieren eine schwarz-braune

26.01.83

- 64 -

- 78 -

1

Beispiel 26

5 Man stellt folgende Färbemittel her:

	1-[(2',4'-Diamino)phenoxy]-3-amino-2-propanol-		
	trihydrochlorid	0,4	g
	Resorcin	0,1	g
10	m-Aminophenol	0,13	g
	p-Phenyldiamin	0,125	g
	p-Aminophenol	0,13	g
	N-Methyl-p-aminophenol-sulfat	0,3	g
	2-Methyl-4-amino-5-nitro-phenol	0,4	g
15	Nonylphenol, oxyäthyleniert mit 4 Mol Äthylenoxyd, REMCOPAL 334 von GERLAND	21	g
	Nonylphenol, oxyäthyleniert mit 9 Mol Äthylenoxyd, REMCOPAL 349 von GERLAND	24	g
	Oleinsäure	4	g
20	2-Butoxy-äthanol	3	g
	Äthanol (96°)	10	g
	Pantanatriumsalz der Diäthylentriamin- pentaessigsäure, MASQUOL DTPA	2,5	g
	Natriumbisulfit	1	g
25	Ammoniak mit 22 °Be	10	g
	Wasser, soviel wie nötig auf	100	g

Der pH des Mittels ist 10,5.

30 Zum Zeitpunkt der Anwendung gibt man 75 g 6%-iges Wasserstoffperoxyd zu.  
Trägt man diese Mischung 25 Minuten bei 30 °C auf zu 90 % natürlich weißes Haar auf, so verleiht sie diesem nach Spülen und Shampooieren eine Kastanienfärbung

35 mit aschfarbenen Schimmer.

26.01.00

- 62 -

- 73 -

1

Beispiel 27

5 Man stellt folgendes Färbemittel her:

10	1-[({2',5'-Diamino)phenoxy}-3-amino-2-propanol-trihydrochlorid	0,153 g
15	2,6-Dimethyl-3-acetylamino-phenol	0,089 g
20	Nonylphenol, oxyäthyleniert mit 4 Mol Äthyleneoxyd, REMCOPAL 334 von GERLAND	21 g
25	Nonylphenol, oxyäthyleniert mit 9 Mol Äthyleneoxyd, REMCOPAL 349 von GERLAND	24 g
30	Öleinsäure	4 g
35	2-Butoxy-äthanol	3 g
40	Äthanol (96 °)	10 g
45	Pantanatriumsalz der Diäthylentriamin-pentaessigsäure, MASQUOL DTPA	3,5 g
50	Ammoniak (mit 22° Be)	10 g
55	Wasser, soviel wie nötig auf	100 g

Der pH des Mittels ist 10,5.

Zum Zeitpunkt der Anwendung gibt man 100 g Wasserstoffperoxyd mit 6 % zu.  
Wird diese Mischung 25 Minuten bei 30 °C auf natürliche Weise zu 90 % weißes Haar aufgebracht, so verleiht sie diesem nach Spülen und Shampooieren eine blau-graue Färbung.

30

35

- 63 -

- 80 -

1

Beispiel 28

5 Man stellt folgendes Färbemittel her:

10	1-[(2',5'-Diamino)phenoxy]-3-amino-2-propanol	- 0,63 g
	2-Methyl-resorcin trihydrochlorid	0,14 g
	3-Acetylamino-phenol	0,135 g
10	(2,4-Diamino)-phenoxyäthanol-dihydrochlorid	0,06 g
	3-Nitro-4-amino-6-methyl-N-β-hydroxyäthyl-	
	anilin	0,215 g
	1-[(3'-Nitro-4'-amino)phenoxy]-3-amino-	
	2-propanol	0,3 g
15	Acrylsäurepolymerisat mit einem Molekular-	
	gewicht von 2 bis 3 Millionen, CARBOPOL 934	
	von GOODRICH CHEMICAL CO.	1,5 g
	Alkohol (96 °)	11 g
	2-Butoxy-äthanol	5 g
20	Trimethylcetylammmoniumbromid	1 g
	Äthylendiamintetraessigsäure TRILON B	0,1 g
	Ammoniak (22 °Be)	10 g
	Thioglycolsäure	0,2 g
	Wasser, soviel wie nötig auf	100 g

25

Der pH des Mittels ist 10.

Zum Zeitpunkt der Anwendung fügt man 100 g Wasserstoffperoxyd mit 6 % zu.

30

Trägt man diese Mischung 25 Minuten lang bei 30 °C auf strohgelb entfärbtes Haar auf, so verleiht sie diesem nach Spülen und Shampooieren eine kastanienbraune Färbung.

35

26.01.68

- 64 -

1

64-

Beispiel 29

5 Man stellt folgendes Färbemittel her:

10	1-[(2',5'-Diamino)phenoxy]-3-amino-2-propanol-trihydrochlorid	0,306 g
10	(2,4-Diamino)phenyl-β-hydroxypropyläther-dihydrochlorid	0,255 g
15	Nonylphenol, oxyäthyleniert mit 4 Mol Äthylenoxyd, CEMULSOL NP <sub>4</sub> von RHONE POULENC	12 g
15	Nonylphenol, oxyäthyleniert mit 9 Mol Äthylenoxid, CEMULSOL NP <sub>9</sub> von RHONE POULENC	15 g
15	Oleinalkohol, oxyäthyleniert mit 2 Mol Äthylenoxyd	1,5 g
15	Oleinalkohol, oxyäthyleniert mit 4 Mol Äthylenoxyd	1,5 g
20	Propylenglycol	6 g
20	Äthylendiamintetraessigsäure, unter der Bezeichnung "TRILON B" vertrieben	0,12 g
20	Ammoniak (22 °Be)	11 g
20	Thioglycolsäure	0,6 g
25	Wasser, soviel wie nötig auf	100 g
25	Der pH des Mittels ist 9,9.	

Zum Zeitpunkt der Anwendung fügt man 100 g 6-%iges Wasserstoffperoxyd zu.

30 Trägt man diese Mischung 30 Minuten bei 28 °C auf zu 90 % natürlich weißes Haar auf, so verleiht sie diesem nach Spülen und Shampooieren eine frische blaue Färbung.

26.01.80

- 65 -

1

- 82 -

Beispiel 30

5 Man stellt folgendes Färbemittel her:

10	1-[(2',4'-Diamino)phenoxy]-3-amino-2-propanol-trihydrochlorid	0,25 g
	p-Phenyldiamin	0,088 g
10	Oleinalkohol, oxyäthyleniert mit 2 Mol Äthylenoxyd	4,5 g
	Oleinalkohol, oxyäthyleniert mit 4 Mol Äthylenoxyd	4,5 g
	Ölsäureamid, oxyäthyleniert mit 12 Mol Äthylenoxyd, ETHOMEEN TO <sub>12</sub> von ARMOUR HESS	4,5 g
	Kokosfettsäurediäthanolamide	9 g
	Propylenglycol	4 g
	2-Butoxy-äthanol	8 g
20	Äthanol (96 °)	6 g
	Diäthylen-triamin-pentaessigsäure-pantanatriumsalz, MASQUOL DTPA	2 g
	Thioglycolsäure	0,5 g
	Ammoniak mit 22 °Be	10 g
25	Wasser, soviel wie erforderlich für	100 g

Der pH des Mittels ist 10,3.

Zum Zeitpunkt der Anwendung gibt man 85 g 6-%-iges  
30 Wasserstoffperoxyd zu.

Trägt man diese Mischung 25 Minuten bei 30 °C auf zu 90 % natürlich weißes Haar auf, so verleiht sie diesem nach Spülen und Shampooieren eine nachtblaue Färbung.

26.01.66

- 86 -  
 - 83 -

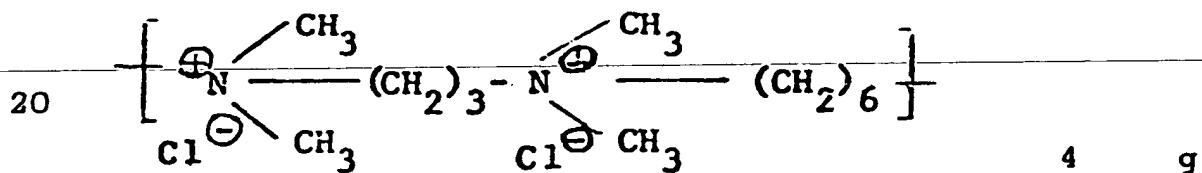
1

Beispiel 31

5 Man stellt folgendes Färbemittel her:

1-[(2',4'-Diamino)phenoxy]-3-amino-2-propanol-trihydrochlorid 0,12 g  
 p-Aminophenol 0,043 g

10 Cetylstearylalkohol ALFOL C16/18 von CONDEA 19 g  
 2-Octyl-dodecanol, EUTANOL G von HENKEL 4,5 g  
 Cetylstearylalkohol mit 15 Mol Äthylenoxyd, MERGITAL CS 15/E von HENKEL 2,5 g  
 15 Ammoniumlaurylsulfat mit 30 % Wirkstoff 12 g  
 Kationisches Polymeres mit folgenden wiederkehrenden Einheiten:



Benzylalkohol 2 g  
 Ammoniak (22 °Be) 11 g  
 25 Äthylendiamintetraessigsäure, TRILON B 1 g  
 Natriumsulfit 1.2 g  
 Wasser, soviel wie nötig auf 100 g

Der pH des Mittels ist 10.

30 Zum Zeitpunkt der Anwendung gibt man 75 g 6-%iges Wasserstoffperoxyd zu.

Trägt man diese Mischung 20 Minuten bei 28 °C auf entfärbdetes Haar auf, so verleiht sie diesem nach Spülen und Shampooieren eine champagner-rosa-farbene Tönung.

1

Beispiel 32

5 Man stellt folgendes Färbemittel her:

10	1-[(2',4'-Diamino)phenoxy]-3-amino-2-propanol-trihydrochlorid	0,05 g
	Resorcin	0,15 g
10	m-Aminophenol	0,085 g
	2-Methyl-5-N-β-hydroxyäthylamino-phenol	0,09 g
	p-Phenyldiamin	0,1 g
	2-Amino-3-nitro-phenol	0,405 g
	3-Nitro-4-amino-6-methyl-N-β-aminoäthylanilin	
15	Acrylsäurepolymerisat mit einem Molekulargewicht von 2 bis 3 Millionen, CARBOPOL 934 von GOODRICH CHEMICAL CO	0,08 g
	Alkohol (96%)	1,5 g
20	2-Butoxy-äthanol	5 g
	Trimethylcetylammmoniumbromid	1 g
	Äthylendiamintetraessigsäure TRILON B	0,1 g
	Ammoniak (22 °Be)	10 g
	Thioglycolsäure	0,2 g
25	Wasser, soviel wie erforderlich auf	100 g

Der pH des Mittels ist 10,3.

Zum Zeitpunkt der Anwendung gibt man 100 g 6 %-iges  
30 Wasserstoffperoxyd zu.

Trägt man diese Mischung 30 Minuten bei 28 °C auf  
strohgelb entfärbtes Haar auf, so verleiht sie diesem  
nach Spülen und Shampooieren eine mittelbraun-  
35 kupferrote Färbung.

26.01.83

- 68 -

- 85 -

1

Beispiel 33

5 Man stellt folgendes Färbemittel her:

1-	[(3'-Methylamino-4'-nitro)phenoxy]-3-amino-	
2-	propanol-monohydrochlorid	0,3 g
3-	Nitro-4-amino-6-methyl-N-β-hydroxy-	
10	äthyl-anilin	0,8 g
	1,4,5,8-Tetraamino-anthrachinon	0,06 g
	2-Butoxy-äthanol	10 g
	Hydroxyäthylcellulose, CELLOSIZE WPO3 von UNION CARBIDE	2 g
15	Dimethyl,alkyl,hydroxyäthyl-ammonium- bromid (Alkyl = Talgderivat)	2 g
	Ammoniak (mit 5 %)	1 g
	Wasser, soviel wie nötig auf	100 g

20 Der pH des Mittels ist 7.

Trägt man diese Mischung 20 Minuten bei 30 °C auf entfärbtes Haar auf, so verleiht sie diesem nach Spülen und Shampooieren eine hell kupferfarbene

25 Färbung.

Beispiel 34

Man stellt folgendes Färbemittel her:

30	1-[(3'-Methylamino-4'-nitro)phenoxy-2-amino-	
	propanol-monohydrochlorid	1 g
	2-Butoxy-äthanol	10 g
	Cetylstearylalkohol, unter der Bezeichnung	
35	ALFOL C16/18 von CONDEA verkauft	8 g

- 69 -

. 86 .

1

	Natriumcetylstearylsulfat, als CIRE DE LANETTE von HENKEL vertrieben	0,5	g
5	Äthoxyliertes Ricinusöl, unter der Handels- bezeichnung "CEMULSOL B" von RHONE POULENC vertrieben	1	g
	Ölsäurediäthanolamid	1,5	g
	Triäthanolamin (in 20 %-iger Lösung)	2	g
10	Wasser, soviel wie erforderlich auf	100	g

Der pH des Mittels ist 7,5.

bei 28 °C

Trägt man diese Mischung 30 Minuten auf entfärbtes Haar  
 15 auf, so verleiht sie diesem nach Spülen und Shampooieren  
 eine Färbung 4,5 Y 8,5/13 (nach Munsell)

Beispiel 35

20 Man stellt folgendes Färbemittel her:

	1-[(2',4'-Diamino)phenoxy]-3-dimethylamino-		
	2-propanol-monohydrat-trihydrochlorid	0,836	g
	p-Phenyldiamin	0,256	g
25	Nonylphenol mit 4 Mol Äthylenoxyd, CEMULSOL NP4 von RHONE POULENC	21	g
	Nonylphenol mit 9 Mol Äthylenoxyd CEMULSOL NP 9, RHONE POULENC	24	g
	Oleinsäure	4	g
30	2-Butoxy-äthanol	3	g
	Äthanol (96°)	10	g
	Pantanatriumsalz der Diäthylentriamin- pentaessigsäure, MASQUOL DTPA	2,5	g
	Thioglycolsäure	0,6	g
35	Ammoniak (mit 22 °Be)	10	g
	Wasser, soviel wie nötig auf	100	g

26.01.83

- 70 -

- 87 -

1

Der pH des Mittels ist 10,2.

5 Zum Zeitpunkt der Anwendung gibt man 120 g Wasserstoffperoxyd mit 6 % hinzu.

Trägt man diese Mischung 25 Minuten bei 28 °C auf.  
zu 90 % natürlich weißes Haar auf, so verleiht sie  
10 diesem, nach Spülen und Shampooieren eine nachtblaue  
Färbung.

### Beispiel 36

15

Man stellt folgendes Färbemittel her:

Chlor-[2-hydroxy-(2',4'-diamino)-3-phenoxy]-  
propyltrimethylammonium-dihydrochlorid-

20	semihydrat	0,35	g
	p-Phenyldiamin	0,108	g
	Nonylphenol, oxyäthyleniert mit 4 Mol Äthylenoxyd, REMCOPAL 334 von GERLAND	21	g
	Nonylphenol, oxyäthyleniert mit 9 Mol Äthylenoxyd, REMCOPAL 349 von GERLAND	24	g
25	Oleinsäure	4	g
	2-Butoxy-äthanol	3	g
	Äthanol (mit 96 °)	10	g
	Pantanatriumsalz der Diäthylentriamin-		
30	pentaessigsäure, MASQUOL DTPA	2,5	g
	Natriumbisulfat (35 °Be)	1	g
	Ammoniak (mit 22 °Be)	10	g
	Wasser, soviel wie erforderlich auf	100	g

35 Der pH des Mittels ist 10.

- 24 -

1

- 88 -

Zum Zeitpunkt der Anwendung gibt man 100 g 6-%iges Wasserstoffperoxyd zu.

5 Trägt man diese Mischung 20 Minuten bei 30 °C auf zu 90 % natürlich weiße Haare auf, so verleiht sie diesen nach Spülen und Shampooieren eine blaugraue Färbung.

10 B e i s p i e l 37

Man stellt folgendes Färbemittel her:

	1-[(2',4'-Diamino)phenoxy]-3-dimethylamino-		
15	2-propanol-trihydrochlorid-monohydrat	0,35	g
	p-Aminophenol	0,109	g
	Acrylsäurepolymerisat mit einem Molekulargewicht von 2 bis 3 Millionen, CARBOPOL 934		
	von GOODRICH CHEMICAL CO	3	g
20	Äthanol (96 °)	11	g
	2-Butoxyäthanol	5	g
	Trimethylcetylammmoniumbromid	2	g
	Äthylendiamintetraessigsäure "TRILON B"	0,2	g
	Ammoniak (22 °Be)	10	g
25	Natriumbisulfit (35 °Be)	1	g
	Wasser, soviel wie erforderlich für	100	g

Der pH des Mittels ist 9,8.

30 Zum Zeitpunkt der Anwendung gibt man 100 g 6 %-iges Wasserstoffperoxyd zu.

Trägt man diese Mischung 25 Minuten bei 28 °C auf bis zu weiß entfärbtes Haar auf, verleiht sie diesem nach 35 Spülen und Shampooieren eine rosafarbene Nuance mit Goldschimmer.

26.01.63

- 72 -

9.

1

Beispiel 38

Man stellt folgendes Färbemittel her:

5

1-	[(2',4'-Diamino)phenoxy]-3-dimethylamino-			
2-	propanol-trihydrochlorid-monohydrat	0,13	g	
p-	Phenylendiamin	0,08	g	
p-	Aminophenol	0,16	g	

10 Resorcin

0,13 g

m-Aminophenol

0,09 g

2-Methyl-5-N-β-hydroxyäthylamino-phenol

0,1 g

3-N-Methylamino-4-nitro-phenoxyäthanol

0,03 g

Oleinalkohol, oxyäthyleniert mit 2 Mol

15 Äthylenoxyd

4,5 g

Oleinalkohol, oxyäthyleniert mit 4 Mol

Äthylenoxyd

4,5 g

Oleinamin, oxyäthyleniert mit 12 Mol

Äthylenoxyd, ETHOMEEN TO<sub>12</sub> von ARMOUR HESS

4,5 g

20 Kokosfettsäureendiäthanolamide

9 g

Propylenenglycol

4 g

2-Butoxy-äthanol

8 g

Äthanol (96°)

6 g

Pantanatriumsalz der Diäthylentriamin-

25 pentaessigsäure, MASQUOL DTPA

2 g

Hydrochinon

0,15 g

Natriumbisulfatlösung (35 °Be)

1,3 g

Ammoniak (mit 22 ° Be)

10 g

Wasser, soviel wie erforderlich auf

100 g

30

Der pH des Mittels ist 10.

Zum Zeitpunkt der Anwendung gibt man 120 g 6 %-iges Wasserstoffperoxyd zu.

35 Trägt man diese Mischung 25 Minuten bei 28 °C auf bis zu 90 % natürlich weißes Haar auf, so verleiht sie den Schälen und Champonieren eine haselnuß-

- 73 -

- 90 -

1

B e i s p i e l 39

Man stellt folgendes Färbemittel her:

5

1-[ $(2',4'$ '-Diamino)phenoxy]-3-dimethylamino-			
2-propanol-trihydrochlorid-monohydrat	0,25	g	
p-Phenyldiamin	0,4	g	
p-Aminophenol	0,6	g	

10 2-Methyl-resorcin

0,4 g

2-Methyl-5-N-β-hydroxyäthylamino-phenol

0,25 g

2-Amino-3-nitro-phenol

0,2 g

Nonylphenol, oxyäthyleniert mit 4 Mol

Äthylenoxyd, REMCOPAL 334 von GERLAND

21 g

16 Nonylphenol, oxyäthyleniert mit 9 Mol

Äthylenoxyd, REMCOPAL 349 von GERLAND

24 g

Oleinsäure

4 g

2-Butoxy-äthanol

3 g

Äthanol (96 °)

10 g

20 Pentanatriumsalz von Diäthylen-triamin-

pentaessigsäure, MASQUOL DTPA

2,5 g

Natriumbisulfatlösung (35 °Be)

1 g

Ammoniak (22 ° Be)

10 g

Wasser bis auf

100 g

25

Der pH der Mittels ist 10,1.

Zum Zeitpunkt der Anwendung gibt man 120 g 6 %-iges Wasserstoffperoxyd zu.

30

Trägt man diese Mischung 15 Minuten bei 30 °C auf bis auf strohgelb entfärbtes Haar auf, so verleiht sie diesem nach Spülen und Shampooieren ein kupfriges Kastanienbraun.

26.01.83

- 74 -

- 94 -

1      B e i s p i e l  40

Man stellt folgendes Färbemittel her:

5

1-[(2',4'-Diamino)phenoxy]-3-dimethylamino-  
2-propanol-trihydrochlorid-monohydrat                0,075 g  
p-Phenyldiamin    0,20 g

10

N,N-di-β-Hydroxyäthyl-p-phenyldiamin-  
dihydrochlorid    0,09 g  
N-Methyl-p-aminophenol-sulfat                        0,115 g  
2-Methylresorcin                                        0,3 g  
m-Aminophenol    0,085 g

15

1-Amino-2-nitro-4-N-β-hydroxyäthylamino-  
5-methyl-benzol                                        0,18 g  
(3-Nitro-4-N-β-aminoäthylamino)-phenoxy-  
äthanol    0,15 g

Cetylstearylalkohol, ALFOL C16/18E von  
CONDEA

8      g

20

Natriumcetylstearylsulfat, als CIRE DE  
LANETTE von HENKEL vertrieben                        0,5 g  
oxyäthyleniertes Ricinusöl, CEMULSOL B  
von RHONE POULENC                                    1 g  
Ölsäure-diäthanolamid                                1,5 g

25

Diäthylentriamin-pentaessigsäure-penta-  
natriumsalz, MASQUOL DTPA                        2,5 g  
Mercaptobernsteinsäure                                0,3 g  
Ammoniak mit 22 °Be                                11 g  
Wasser, soviel wie nötig auf                        100 g

30

Der pH des Mittels ist 9,3.

Zum Zeitpunkt der Anwendung gibt man 100 g 6-%-iges  
Wasserstoffperoxyd zu. Trägt man diese Mischung 25 Minuten  
35 bei 25 °C auf zu 90 % natürlich weißes Haar auf, so  
verleiht sie diesem, nach Spülen und Shampooieren

36-01-04

- 75 -  
- 92 -

1 Beispiel 41

Man stellt folgendes Färbemittel her:

5	2-Hydroxy-(2',4'-diamino)-3-phenoxy-propyl-trimethylammoniumchlorid-dihydrochlorid-semihydrat	0,1 g
	p-Toluylendiamin-dihydrochlorid	0,085 g
	p-Aminophenol	0,155 g
10	Resorcin	0,08 g
	m-Aminophenol	0,09 g
	2-Methyl-5-N-β-hydroxyäthylamino-phenol	0,1 g
	Acrylsäurepolymerisat mit einem Molekulargewicht von 2 bis 3 Millionen, CARBOPOL 934	
15	von GOODRICH CHEMICAL CO	1,5 g
	Äthanol (mit 96 °)	11 g
	2-Butoxy-äthanol	5 g
	Trimethylcetylammoniumbromid	1 g
	Äthylendiamintetraessigsäure, TRILON-B	0,1 g
20	Ammoniak (22 ° Be)	10 g
	Thioglycolsäure	0,2 g
	Wasser bis auf	100 g

Der pH des Mittels ist 9,9.

25

Zum Zeitpunkt der Anwendung gibt man 100 g Wasserstoff-peroxyd, 6-%-ig, zu.

Trägt man diese Mischung 25 Minuten bei 28 °C auf  
30 zu 90 % natürlich weißes Haar auf, so verleiht sie diesem  
nach Spülen und Shampooieren eine haselnussbraune  
Färbung.

Selbstverständlich sind die oben aufgeführten Ausführungs-  
35 formen in keiner Weise einschränkend und können ver-  
ändert werden, ohne den Rahmen der Erfindung zu